

CONFIDENTIEL

COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

SAMPLE N° 993856

REANALYSIS

LIST OF CONTENT

SECTION 1 : ADMINISTRATIVE PART	pages 1-4
<u>Internal chain of custody of bottles</u>	1
<u>Internal chain of custody of aliquots</u>	4
SECTION 2 : TECHNICAL PART	pages 5-87
<u>Confirmation analysis by GC/C/IRMS</u>	5-87
1- List of performed analyses	5
2- Confirmation Instruction	6
3- Method and preparative form	8
4- GC/MS analysis	27
4-1 Description of GC/MS analysis	27
4-2 GC/MS analysis data	29
- Injection sequence	29
- Positive references	30
- Negative aliquot and Sample A 993856 for each fraction	34
4-3 Data on Instrument performances	46
4-4 Result form	49
5- Isotopic ratio analysis	52
5-1 Description of GC/C/IRMS analysis	52
5-2 Isotopic ratio analysis data	55
- Injection sequence	55
- Negative aliquot and Sample A 993856 for each fraction	56
5-3 Data on Instrument performances	68
5-4 Result form	86
SECTION 3 : Certificate of analysis n°30209	page 88
SECTION 4 : Annexes	pages 89-90

a f l d Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-CE-01 Version : E Date : 21/03/2007 1/2
FORMULAIRE DE TRAITEMENT DE L'ECHANTILLON LORS D'UNE ANALYSE DE CONTROLE		

Date de l'analyse de contrôle : 18/04/2007

Demande :

Demande faite par : USA DA

N° d'échantillon concerné : A 993 856

Nature du milieu biologique : ORIVE

COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Identification des personnes présentes pour l'analyse de contrôle :

Laboratoire		Témoïn indépendant	Expert	Autres
Nom : S de CE... PECHIN	Nongongu		/	
Signature : 				

Chaîne de détention interne :

Lieu de déstockage : Chambre froide Congélateur n°... C.F. N° 1

Conditions de stockage : -80°C -20°C +4°C

Destockage des flacons : A B

Date : 18/04/07 Heure : 10h30 Opérateur : O.A.

Vérification de l'identification :

Système : Versapak Berlinger Autre N° : A 993 856

Conformité par rapport au procès verbal de contrôle antidopage : Oui Non

Intégrité des scellés : Oui Non

Validation de la conformité de l'échantillon (Signatures) :

Laboratoire	Témoïn indépendant	Expert	Autre

a f l d Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-CE-01 Version : E Date : 21/03/2007 2/2
FORMULAIRE DE TRAITEMENT DE L'ECHANTILLON LORS D'UNE ANALYSE DE CONTROLE		

Ouverture du scelle :

Date : 11.04.2007 Heure : 10h35 Opérateur : Y.G.

Localisation : salle n° 0.04 10h50M

N° du flacon : A.g.g.3.856

Volume : 3.5 mL

(si le milieu est congelé attendre sa décongélation pour mesurer le volume)

COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Validation de l'ouverture du scellé (Signatures) :

Laboratoire	Témoin indépendant	Expert	Autre
			USADR

Remise sous scelle :

Oui Non

Date :/...../..... Heure : h..... Opérateur:

Système : Versapak Berlinger Autre

N° de flacon : N° de scellé :

Volume restant :

Lieu de stockage Chambre froide Congélateur n°.....

Conditions de stockage -80°C -20°C +4°C

Stockage de la remis sous scellé

Date :/...../..... Heure : h..... Opérateur :

Validation de la remise sous scellé (Signatures) :

Laboratoire	Témoin indépendant	Expert	Autre

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier analytique de la contre expertise.

2

a f l d Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-05 A
		Version : C Date : 17/10/2006 1/1
TRACABILITE DES FLACONS A ET B		

N° de Série :

Réception et Stockage avant enregistrement (si nécessaire):

Réception par	Date et Heure	Stockage	Heure

Stockage après enregistrement :

Flacons	Entreposés par	Date et Heure	Lieu

Chaîne de possession des flacons A:

Echantillon A 993856

Date	Code opérateur	Localisation	Raison du transfert
16/04/2007 09h30	49/10	CH-FR.5 (-20°C)	Déstockage pour renumérotation
16/04/2007		CH-FR.1 (+4°C)	Stockage après nouvelle numérotation
17/04/2007 11h25	01	Salle 004 (ambiant)	Déstockage pour tirage au sort n°2 puis restockage
18/04/2007 10h30	01	Salle 004 (ambiant)	Déstockage pour tirage au sort n°3
18/04/2007 10h50	49	Salle 004 (ambiant)	Ouverture des scellés
18/04/2007 10h55	49	Salle 004 (ambiant)	Mise en tube pour confirmation IRMS (EC31)

Chaîne de possession des flacons B:

Echantillon

Date	Code opérateur	Localisation	Raison du transfert

Cet enregistrement est à conserver dans le dossier de la série s'il n'y a pas de positif ou dans le dossier positif.

3

a f l d Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-05B
		Version : C Date : 17/10/2006 1/1
TRACABILITE DES ALIQUOTES A ET B		

N° de Série :

Chaîne de possession des aliquotes A:

Echantillon A 993856

Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques
18/04/2007 11h05	Aliquote EC31	49	Préparation jusqu'à acétylation	Confirmation IRMS(EC31)
19/04/2007 9h30	Aliquote EC31	49	Fin de préparation	
19/04/2007 17h57	Aliquote EC31 (3 fractions)	49	Analyse GC/MS sur MSD22	
20/04/2007 12h10	Aliquote EC31 (3 fractions)	49	Reprise pour analyses IRMS	
20/04/2007 13h53	Aliquote EC31 (3 fractions)	49	Analyse GC/C/IRMS sur ISOPRIME 2	Origine exogène des métabolites de la Testostérone
20/04/2007 14h37	Aliquote EC31 (Fraction 3 : volume injecté inférieur)	49	Analyse GC/C/IRMS sur ISOPRIME 2	Fraction non exploitée pour conclure

Chaîne de possession des aliquotes B:

Echantillon

Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques

Cet enregistrement est à conserver dans le dossier de la série s'il n'y a pas de positif ou dans le dossier positif.

4

LNDD	ENREGISTREMENT	Code : E-RECAP-01 Version : J Date : 09/06/2006
FICHE RECAPITULATIVE DES ANALYSES PRESENTEES		
ECHANTILLON		
N° de laboratoire :	<input type="text"/>	N° échantillon : A 993856
Produit(s)-confirmé(s) :	Analyse isotopique 13C/12C	
pH mesuré en conf :	5,2	Densité affichée en conf : 1,022
		Réfractomètre n° : 2
		* Densité corrigée : 1,026
CONFIRMATION QUALITATIVE		
Essai n° :	EC 31	
Mode opératoire de préparation :	M-EX- 24	Version : c
Mode opératoire d'analyse :	M-AN- 52/41	Version : A1B
CG/SM (SCAN) <input checked="" type="checkbox"/>	CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM2 <input type="checkbox"/>
CG/SM3 <input type="checkbox"/>	CL/SM <input type="checkbox"/>	CL/SM2 <input type="checkbox"/>
CL/SM3 <input type="checkbox"/>	CL/UV <input type="checkbox"/>	IMM <input type="checkbox"/>
EPO <input type="checkbox"/>	CG/C/IRMS <input checked="" type="checkbox"/>	Cytométrie <input type="checkbox"/>
CONFIRMATION SEMI-QUANTITATIVE		
Essai n° :	EC	
Mode opératoire de préparation :	M-EX-	Version : <input type="text"/>
Mode opératoire d'analyse :	M-AN-	Version : <input type="text"/>
CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM (SCAN) <input type="checkbox"/>	
CL/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CL/SM2 <input type="checkbox"/>	CL/SM3 <input type="checkbox"/>
CL/UV <input type="checkbox"/>	Concentration estimée : <input type="text"/>	
* Concentration corrigée : <input type="text"/>		
CONFIRMATION QUANTITATIVE		
Essai n° :	<input type="text"/>	
Mode opératoire de préparation :	<input type="text"/>	Version : <input type="text"/>
Mode opératoire d'analyse :	M-AN-	Version : <input type="text"/>
CG/TSD <input type="checkbox"/>	CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM (SCAN) <input type="checkbox"/>
IMM <input type="checkbox"/>	Concentration mesurée : <input type="text"/>	
* Seuil corrigé : <input type="text"/>		
DEPISTAGE RAPIDE		
ES02 -BBS (CG-SM) <input type="checkbox"/>	ES08 -HES (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES06 - IMM <input type="checkbox"/>
ES02C -EPH (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES08B -PS <input type="checkbox"/>	ES07 -EPO <input type="checkbox"/>
ES03 -CD (CL/SM) <input type="checkbox"/>	ES03B -LCH (CL/SM/SM) <input type="checkbox"/>	ESS01 -HBOCs <input type="checkbox"/>
ES04 -H (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES05 -MS2 (CG/SM/SM) <input type="checkbox"/>	ESS02 - TS <input type="checkbox"/>
ES03C -LCH (CL/SM) <input type="checkbox"/>		
Code opérateur de l'analyste : 49	Code opérateur du responsable : 10	
Date et paraphe : 21/04/07	Date et paraphe : 21/04/07	
Hors portée d'accréditation : <input type="checkbox"/>	<i>[Signature]</i>	
Raison ou numéro d'écart de la déclaration en hors portée :	5	

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation

* à remplir par le responsable

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-CONF-31 Version : D Date : 17/01/2006 1/2
CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Appareil utilisable : ISOPRIME MICROMASS - GV INSTRUMENT

Mode opératoire d'extraction : M-EX-24

APPLICABLE le

19 JAN. 2006

Mode opératoire de préparation du Mix Acétate: M-EXMix-05

Mode opératoire d'analyse: - GC/MS: M-AN-52

- GC/C/IRMS: M-AN-41

L'analyse CG/MS doit être effectuée avant l'analyse GC/C/IRMS

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

Mode opératoire de dépouillement : - GC/MS: M-RDP-05

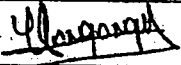
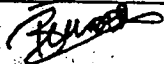
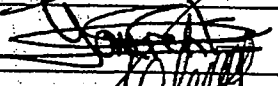
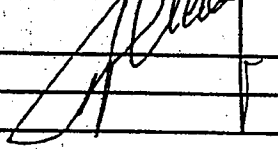
- GC/C/IRMS: M-DP-31

Dépouiller l'analyse GC/MS avant d'effectuer l'analyse GC/C/IRMS

Traiter simultanément :
un blanc urinaire
un aliquot échantillon

CONFIDENTIEL

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-CONF-31 Version : D Date : 17/01/2006 2 / 2
CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/CIRMS		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	13/01/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	16/01/2006	
vérifié par	Aurélien LAURENT	17/01/2006	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	17/01/2006	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	03/06/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	31/10/2002
B	Révision biennale	24/01/2005
C	Ajout d'une extraction sur Gilson	28/10/2005
D	Ajout de la préparation du mix acétate (M-EXMIX-05). Ajout de M-RDP-05.	17/01/2006

CONFIDENTIEL

7

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX -24 Version : C Date : 17/01/2006 1 / 4
METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Documents utilisés : E-TE-03C, I-VOL-01, I-EX-06, I-EX-07, I-EX-08 et I-TRAC-03C

Remplir la fiche de préparation - confirmation / contre expertise en CPG/C/SMRI E-TE-03C

Opérations

Matériel

Réactifs et produits

Prise d'essai selon I-VOL-01
8 ml maximum par tube

Centrifugation 5 minutes

Transvaser le surnageant dans tube
préalablement identifiés
(cf I-TRAC-03C)

Extraire sur SPE Rapid Trace
selon I-EX-06

Evaporation à sec

Ajouter 1.5 ml de tampon phosphate
pH = 6.5

Agiter jusqu'à dissolution complète

Ajouter 2 gouttes de
 β -glucuronidase

Boucher et agiter 1 seconde

Hydrolyser 1h00 à 55°C

Centrifugation 5 minutes

Transvaser le surnageant dans
tubes préalablement identifiés
(cf I-TRAC-03C)

Extraire sur SPE Rapid Trace
selon I-EX-07

Evaporation à sec

Tubes Kimble 16x100 mm
Pipette Biohit 1-5ml
Cônes Biohit

Centrifugeuse 4000 tr/min

Tubes Kimble 16x100 mm
Pipette Pasteur

Cartouches Bond Elut C18 500mg
Tubes Kimbles 16x100 mm

Bain à sec à 60°C

Dispensette

Vortex

Compte goutte

Bouchons Zymark
Vortex

Etuve

Centrifugeuse 4000 tr/min

Tubes Kimble 16x100 mm
Pipette Pasteur

Cartouches Bond Elut C18 200mg
Tubes Kimble 13x100 mm

Bain à sec à 60°C

APPLICABLE le

19 JAN. 2006

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

Azote

Tampon Phosphate pH = 6.5
Chambre froide à +4°C (cf M-P-05)

β -glucuronidase
Chambre froide à +4°C

CONFIDENTIEL

Azote

8

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX -24 Version : C Date :17/01/2006 2 / 4
METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Opérations

Matériel

Réactifs et produits

Dissoudre et réunir dans un tube les extraits du même échantillon :
Mettre de côté un tube sec
Ajouter 500 µl d'acétonitrile dans les autres tubes et agiter 10s avant de les transvaser dans le tube sec

Pipettman de 1 ml
Pipette pasteur
Vortex

Acétonitrile

Rincer les tubes transvasés avec 500µl d'acétonitrile

Pipettman de 1 ml
Pipette pasteur

Acétonitrile

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

Azote

Ajouter 50 µl de pyridine
Ajouter 50 µl d'anhydride acétique

Pipettman de 50 µl - Cônes Greiner
Vortex

Pyridine desséchée
Anhydride acétique > 99%

Prendre par rotation légère du tube en position quasi horizontale
Agiter 5 secondes et boucher

Vortex

CONFIDENTIEL

Dérivé le tube bien fermé 1h00 à 60°C
ou laisser une nuit à température ambiante

Bain à sec à 60°C
ou
Portoir à tubes sous hotte

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

Azote

Ajouter 1 ml d'acétonitrile
Agiter 10 secondes
Ajouter 1 ml d'eau ultrapure
Agiter 10 secondes

Pipette Biohit 1-5 ml
Cônes Biohit

Acétonitrile
Eau ultrapure

Extraire sur SPE Rapid Trace selon I-EX-08

Cartouches Baker C18 500 mg
Tubes kimble 13x100 mm

Evaporation à sec des fractions
F1 (environ 2h00)
F2 (environ 1h30)
F3 (environ 45min)

Bain à sec à 80°C

Azote

g

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX -24 Version : C Date :17/01/2006 3 / 4
METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Traitement des fractions F1, F2 et F3

Opérations

Matériel

Réactifs et produits

Ajouter le SI selon I-VOL-01

Seringue Hamilton de 50 µl ou de 100 µl selon le volume ajouté

Androstanol acétate H67 200 ng/µl

Ajouter 200 µl d'acétonitrile

Pipettman réglable de 200 µl
Cônes Greiner

Acétonitrile

Reprendre par rotation légère du tube en position quasi horizontale

Centrifugation 5 minutes

Centrifugeuse 4000 tr/min.

CONFIDENTIEL

Transférer dans les vials préalablement identifiés selon I-TRAC-03C

Vials en verre avec insert 300 µl ou vials en verre de 1.5ml selon le volume

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

Azote

Reprendre dans de l'hexane selon I-VOL-01

Pipettman réglable de 200 µl ou 1ml

Hexane

Sertir et Agiter 10 secondes

Capsules à sertir - Vortex

Après analyse GC/MS :

Réajustement du SI si nécessaire (Cf. I-VOL-01)
Agiter 10 secondes

Seringue Hamilton de 50 µl ou de 100 µl selon le volume ajouté

Androstanol acétate H67 0.2mg/ml

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

Azote

Reprendre dans de l'hexane (Cf I-VOL-01)

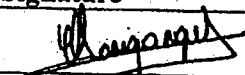

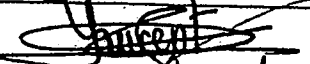
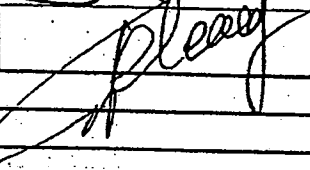
Pipettman réglable de 200 µl ou 1ml

Hexane

Sertir et Agiter 10 secondes

Capsules à sertir - Vortex

LNDD	MODE OPÉRATEUR	Codification : M-EX -24 Version : C Date :17/01/2006 4 / 4
METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	16/01/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	16/01/2006	
vérifié par	Aurélie LAURENT	17/01/2006	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	17/01/2006	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	03/06/2002
2	Modification des quantités de SI et d'ACN, ajout d'une remarque sur l'importance de la rotation des tubes	14/10/2002
A	A -->Passage de projet en document validé : modification temps/température acétylation	04/02/2004
B	changement de cartouche pour la première extraction addition d'une nouvelle fraction d'analyse réunion des aliquots d'un même échantillon avant dérivation l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04)	16/07/2004
C	changement de cartouche pour la première extraction addition d'une nouvelle fraction d'analyse réunion des aliquots d'un même échantillon avant dérivation l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04) changement SE en SI et ajout analyse GC/MS avant GC/C/IRMS	17/01/2006

CONFIDENTIEL

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -06 Version : C Date : 06/02/2006 1 / 3
PREMIERE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/CIRMS		

Application :	Irms0.spe
Durée d'extraction pour un tube:	13.30min
Tube utilisé:	Kimble 16x100mm
Type de cartouche utilisée:	Bond Elut C18 Varian 500mg/3ml

Documents utilisés: I-M-02, I-N-02

1. DISPOSITION DES SOLVANTS :

- Voie 1 : Méthanol
- Voie 2 : Eau ultrapure
- Voie 3 : Acétonitrile
- Voie 4 : Rien
- Voie 5 : Rien
- Voie 6 : Rien
- Voie 7 : Rien
- Voie 8 : Rien

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

CONFIDENTIEL

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre

2. LANCEMENT DE L'EXTRACTION :

Effectuer les puges eau, air et/ou solvant. Voir I-M-02.

Positionner à droite les tubes à extraire et à gauche les tubes de recueil et placer les cartouches .

L'ordre de passage est le suivant:

- Blanc urinaire 1
- Echantillon 1
- Blanc urinaire 2
- Echantillon 2
- ...

Pour lancer l'extraction, voir I-N-02.

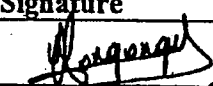
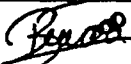
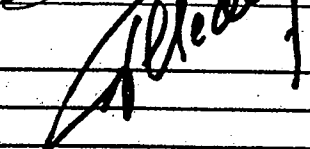
LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -06 Version : C Date : 06/02/2006 2 / 3
PREMIERE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

3. DESCRIPTION DES PRINCIPALES ETAPES DE L'EXTRACTION :

Etape	Source	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Conditionnement colonne	Méthanol	Poubelle	3	10
Conditionnement colonne	Eau ultrapure	Poubelle	3	10
Chargement échantillon	Echantillon	Poubelle	8.5	4
Lavage	Eau ultrapure	Poubelle	4	10
Séchage	1 minute			
Elution	Méthanol	Fraction 1	6	2
Rinçage canule	Eau ultrapure	Canule	2	20
Rinçage canule	Méthanol	Canule	2	20

CONFIDENTIEL

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -06 Version : C Date : 06/02/2006 3 / 3
PREMIERE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	06/02/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	06/02/2006	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	06/02/2006	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	30/04/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	24/10/2002
B	Révision biennale changement de cartouche d'extraction et des volumes de lavage et d'élution	31/08/2004
C	Révision biennale changement de cartouche d'extraction et des volumes de lavage et d'élution homogénéisation titre , ajout I-M-02 et I-N-02	06/02/2006

CONFIDENTIEL

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -07 Version : D Date : 06/02/2006 1 / 3
DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/IRMS		

Application :	Irms1te.spe
Durée d'extraction par tube :	16.30 min
Tube utilisé de recueil utilisé :	Kimble 13x100 mm
Type de cartouche utilisée :	Bond Elut C ₁₈ Varian – 200 mg / 3 ml

Documents utilisés : I-M-02, I-N-02

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

1. DISPOSITION DES SOLVANTS :

Voie 1 : Méthanol
Voie 2 : Eau ultrapure
Voie 3 : Acétonitrile
Voie 4 : Rien
Voie 5 : Rien
Voie 6 : Rien
Voie 7 : Rien
Voie 8 : Rien

CONFIDENTIEL

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre.

2. LANCEMENT DE L'EXTRACTION :

Effectuer les purges eau, air et solvant si nécessaire. Voir I-M-02.

Positionner à droite les tubes à extraire et disposer au niveau des recueils les tubes 13x100mm insérés dans les tubes 16x100mm.

L'ordre de passage est le suivant :

Blanc urinaire 1 tube 1
Blanc urinaire 1 tube 2
Blanc urinaire 1
Echantillon 1 tube 1
Echantillon 1 tube 2
Echantillon 1
Blanc urinaire 2 tube 1
Blanc urinaire 2 tube 2
Blanc urinaire.2

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -07
		Version : D Date : 06/02/2006 2 / 3
DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Echantillon 2 tube 1
Echantillon 2 tube 2
Echantillon 2

Placer les cartouches et lancer l'extraction selon I-N-02.

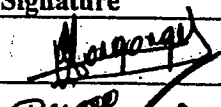


3. DESCRIPTION DES PRINCIPALES ETAPES DE L'EXTRACTION :

Etape	Source	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Conditionnement colonne	Méthanol	Poubelle	4	10
Conditionnement colonne	Eau ultrapure	Poubelle	4	10
Chargement échantillon	Echantillon	Poubelle	2	4
Préparation du mélange 20%	Acétonitrile / Eau ultrapure	Mixer	0.8 / 3.2	30
Lavage	Acétonitrile / Eau ultrapure 20/80	Poubelle	4	2
Préparation du mélange 30%	Acétonitrile / Eau ultrapure	Mixer	0.6 / 1.4	30
Lavage	Acétonitrile / Eau ultrapure 30/70	Poubelle	2	2
Séchage	1 minute			
Elution	Acétonitrile	Fraction 1	4	2
Rinçage canule	Eau ultrapure	Canule	4	20
Rinçage canule	Méthanol	Canule	4	20

CONFIDENTIEL

1/6

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -07 Version : D Date : 06/02/2006 3 / 3
DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	06/02/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	06/02/2006	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	06/02/2006	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	30/04/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	24/10/2002
B	Révision biennale changement des volumes de lavage et d'élution	31/08/2004
C	Réajustement de l'extraction	22/04/2005
D	Réajustement de l'extraction D:homogénéisation du titre, ajout I-M-02 et I-N-02	06/02/2006

CONFIDENTIEL

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -08 Version : C Date : 08/09/2005 1 / 3
TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Application :	irms2te.spe
Durée d'extraction pour un tube :	41,3 min
Tube utilisé :	Kimble 13x100 mm
Type de cartouche utilisée :	Baker C ₁₈
Volume de la cartouche :	500 mg / 3 ml

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

APPLICABLE le
08 SEP. 2005

1 - DISPOSITION DES SOLVANTS :

- Voie 1 : Méthanol
- Voie 2: H₂O (ultrapure)
- Voie 3: Acétonitrile
- Voie 4: Rien
- Voie 5: Rien
- Voie 6: Rien
- Voie 7: Rien
- Voie 8: Rien

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre.

CONFIDENTIEL

2 - LANCEMENT DE LA SEQUENCE D'ANALYSE :

Effectuer les purges eau, air et solvant si nécessaire (cf I-M-02)
Lancer l'extraction selon I-N-02

Positionner à droite les tubes à extraire et à gauche les tubes éluats.
Utiliser le gros rack, disposer au niveau des receuils les tubes 13x100 mm insérés dans des tubes 16x100 mm et placer les échantillons dans l'ordre suivant :

18

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -08
		Version : C Date : 08/09/2005 2 / 3
TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Tubes des échantillons	Tubes des recueils
Blanc urinaire 1	Blanc urinaire 1 fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)
Espace libre	Blanc urinaire 1 fraction F2 (Keto)
Espace libre	Blanc urinaire 1 fraction F3 (Diol)
Echantillon 1	Echantillon 1 fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)
Espace libre	Echantillon 1 Fraction F2 (Kéto)
Espace libre	Echantillon 1 Fraction F3 (Diol)
...	...

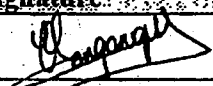
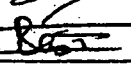
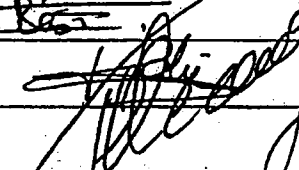
Placer les cartouches en laissant deux intervalles de libre entre chaque cartouche et cliquer ensuite sur RUN MONITOR puis sur RUN du module choisi.

CONFIDENTIEL

3 - EXTRACTION SUR CARTOUCHE :

Etape	Solvant	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Conditionnement colonne	MeOH	Poubelle	5	10
Conditionnement colonne	H ₂ O	Poubelle	5	10
Chargement échantillon	Reprise CH ₃ CN-H ₂ O 50/50	Poubelle	2,5	4
Préparation mélange 30 %	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	1,8 / 4,2	30
Lavage	CH ₃ CN-H ₂ O 30/70	Poubelle	6	2
Préparation mélange 40 %	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	2,4 / 3,6	30
Lavage	CH ₃ CN-H ₂ O 40/60	Poubelle	6	2
Préparation mélange 50 %	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	3 / 3	30
Elution F1	CH ₃ CN-H ₂ O 50/50	Fraction 1	6	2
Préparation mélange 50 %	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	1 / 1	30
Elution F1	CH ₃ CN-H ₂ O 50/50	Fraction 1	2	2
Préparation mélange 75 %	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	4,5 / 1,5	30
Elution F2	CH ₃ CN-H ₂ O 75/25	Fraction 2	6	2
Préparation mélange 75 %	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	2,4 / 0,8	30
Lavage	CH ₃ CN-H ₂ O 75/25	Poubelle	3,2	2
Elution F3	CH ₃ CN	Fraction 3	4	2
Rinçage canule	H ₂ O	Canule	2	30
Lavage	MeOH	Poubelle	2	30

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -08 Version : C Date : 08/09/2005 3 / 3
TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	08/09/2005	
vérifié par	Caroline BASTIEN	08/09/2005	
vérifié par	Adeline MOLINA	08/09/2005	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	08/09/2005	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	30/04/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	02/10/2002
B	Révision biennale analyse d'une troisième fraction	31/08/2004
C	Elimination d'une interférence dans la fraction F1 - Changement titre pour homogénéisation	08/09/2005

CONFIDENTIEL

20

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 1/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Mode opératoire d'extraction: M-EX-24

Echantillon: A 993856 Sexe: M F

Mise à l'ambient de l'échantillon: Date: 18/04/07 Heure: 10h30

Prise d'essai: Volume: 3.0 mL Heure: 10h55 Paraphe: *[Signature]*

	Date	Appareil	Température en °C	Valeur lue	Paraphe
pH	18/04/07	pHmet n°: 7	21,3	5,20	<i>[Signature]</i>
Densité	18/04/07	Refract n°: 2		1,024	<i>[Signature]</i>

Blanc urinaire: Pool 4 Densité: 1,024 Prise d'essai: 16 mL Paraphe: *[Signature]*

Préparation de l'échantillon

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Première extraction	18/04/07	11h05		Rapid Trace: RT12D	<i>[Signature]</i>
	18/04/07		12h40		
Stockage à 4°C				Lieu: CH-ER.1	
Evaporation	18/04/07	12h40	13h50	Bain à sec (BSE): S21	<i>[Signature]</i>
Stockage à 4°C				Lieu: CH-ER.1	
Hydrolyse	18/04/07	14h00		Code du tampon: T060207-01	<i>[Signature]</i>
	18/04/07		15h05	DLU* de la βGlu: 16/05/07 Étude n°: 5	
Deuxième extraction	18/04/07	15h25		Rapid Trace: RT12D	<i>[Signature]</i>
	18/04/07		17h10		
Stockage à 4°C				Lieu: CH-ER.1	

*DLU: date limite d'utilisation

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 2/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Evaporation	18/04/07	17h10	18h40	Bain à sec (BSE) : S21	
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR 1	
Acétylation	18/04/07	18h45		DLU* Anhydride acétique : 11/2008 DLU* Pyridine : 12/2007	
	19/04/07		9h30	Bain à sec (BSE) : ou Température ambiante	
Evaporation	19/04/07	9h30	9h45	Bain à sec (BSE) : S21	
Troisième extraction	19/04/07	9h50		Rapid Trace : RT120	
	19/04/07		11h45		
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR 1	
Evaporation	19/04/07	11h45	13h30	Bain à sec (BSE) : S21	
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR 1	
Ajout SI, Mise en vial	19/04/07	13h40		Code du SI (0,2mg/mL) : H67-	
	19/04/07		13h55	004C	
Evaporation	19/04/07	13h55		Bain à sec (BSE) : S21	
	19/04/07		14h10		
Stockage à +4°C				Lieu : CH-FR 1	

Analyse par CG/MS

	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Volume SI (µl)	20	20	20
Volume hexane (µl)	100	400	100

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 3/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/IRMS		

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Reprise par Hexane	19/04/07	14h10			<i>[Signature]</i>
Injection CG/MS	19/04/07	14h15		MSD 112	<i>[Signature]</i>
	20/04/07		12h10		
Ajout du SI si nécessaire	20/04/07	12h10		Code du SI (200ng/μL) : H67-004C	<i>[Signature]</i>
Evaporation	20/04/07	12h20	12h35	Bain à sec (BSE) : S21	<i>[Signature]</i>
Stockage des vials à 4°C				Lieu : CH-EP-1	

Autres opérations (dilution, réinjection...)

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe

Analyse par GC/IRMS

	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Volume total SI prélevé (μl)	3	60	4
Volume final hexane (μl)	20	170	15

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 4/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Reprise par Hexane	20/04/07	12h35			<i>[Signature]</i>
Injection GC/C/IRMS	20/04/07	12h45		ISOPRIME 20	<i>[Signature]</i>

Autres opérations (concentration, dilution, réinjection...)

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe

Ecart n° :

Cet enregistrement est à mettre dans le dossier de confirmation de l'échantillon

24

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EXMIX-05 Version : B Date :09/05/2006 1 / 2
METHODE DE PREPARATION DU MIX ACETATE ET DU MIX CAL ACETATE		

1. Préparation du Mix Acétate pour la GC/MS:

<u>Opérations</u>	<u>Matériel</u>	<u>Réactif et produits</u>
Prélever 100 µl de la solution Mix Acétate et transférer dans un vial à insert	Vials en verre avec insert 300µl	Solution Mix Acétate (CH-Fr.1)
Evaporer à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans 100 µl d'hexane	Pipettman réglage de 100 µl Cônes Greiner	Hexane
Sertir Agiter au vortex	Capsules à sertir Vortex	CONFIDENTIEL

2. Préparation du Mix Cal Acétate pour la GC/IRMS:

<u>Opérations</u>	<u>Matériel</u>	<u>Réactif et produits</u>
Prélever 50 µl de la solution Mix Cal Acétate et transférer dans un vial à insert	Vials en verre avec insert 300µl	Solution Mix Cal Acétate (CH-Fr.1)
Evaporer à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans 50 µl d'hexane	Pipettman réglable de 100 µl Cônes Greiner	Hexane
Sertir Agiter au vortex	Capsules à sertir Vortex	

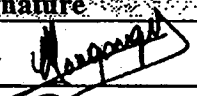

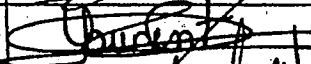

APPROUVÉ le

15 MAI 2006

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

25

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EXMIX-05 Version : B Date : 09/05/2006 2/2
METHODE DE PREPARATION DU MIX ACETATE ET DU MIX CAL ACETATE		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	09/05/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	09/05/2006	
vérifié par	Aurélié LAURENT	09/05/2006	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	09/05/2006	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
A	Création du document.	17/01/2006
B	ajout du mix cal acétate	09/05/2006

CONFIDENTIEL

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-52 Version : A Date :28/10/2005 1 / 2
ANALYSE GC/MS - CONFIRMATION QUALITATIVE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE ET DE SES PRECURSEURS		

COLONNE

Type: DB17-MS. JW Scien 122.4732
 Longueur: 30m
 Diamètre interne: 0.25mm
 Epaisseur du film: 0.25µm

INJECTION

Mode: Splitless (insert splitless)
 Température injecteur: 280°C
 Volume injecté: 1µl
 Solvants de rinçage ALS: Solvant A: Acétonitrile
 Solvant B: Hexane

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

CONDITIONS GC:

Température initiale: 70°C pendant 1 min
 Gradient de température: 70→270°C à 30°C/min
 270°C pendant 12 min
 270→300°C à 10°C/min
 300°C pendant 3 min
 Température finale: 300°C pendant 3 min
 Temps d'analyse: 25.67 min
 Temps d'équilibrage de la colonne: 0.5 min
 Pression constante: Ajuster le SI à 10.7 min (+/-0.5min)
 Température de la ligne de transfert: 300°C

APPLICABLE le

28 OCT. 2005

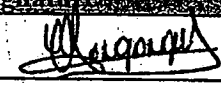
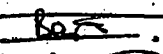
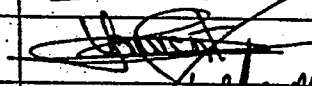
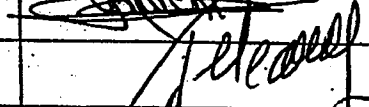
CONDITIONS SM:

Solvent delay: 9 min
 Température quad: 150°C
 Température Source: 230°C
 Fichier tune: Autotune
 Mode d'acquisition: Full scan 50-550 uma

CONFIDENTIEL

27

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-52 Version : A Date : 28/10/2005 2 / 2
ANALYSE GC/MS - CONFIRMATION QUALITATIVE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE ET DE SES PRECURSEURS		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	28/10/2005	
vérifié par	Caroline BASTIEN	28/10/2005	
vérifié par	Aurélie LAURENT	28/10/2005	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	28/10/2005	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
A	Création du document.	28/10/2005

CONFIDENTIEL

Sequence Name: C:\MSDChem\1\sequence\2007\Avril07\1904.S

Comment:

Operator: 49

Data Path: D:\MSD22\2007\AVRIL07\1904\

Top Pre-Seq Cmd:
Instrument Control Pre-Seq Cmd:
Data Analysis Pre-Seq Cmd:

Top Post-Seq Cmd:
Instrument Control Post-Seq Cmd:
Data Analysis Post-Seq Cmd:

Method Sections To Run On A Barcode Mismatch
(X) Full Method (X) Inject Anyway
() Reprocessing Only () Don't Inject

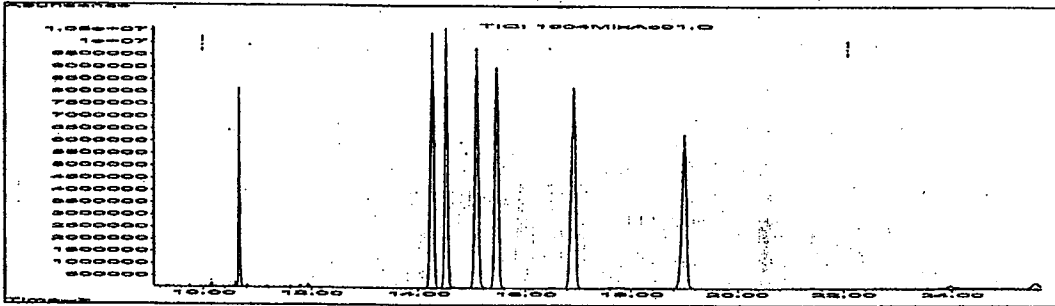
Line		Sample Name/Misc Info		
1)	Calibration	1		
	Datafile		1904MixAc01	
	Method		MAN_52	
2)	Calibration	2		
	Datafile		1904MixAc02	
	Method		MAN_52	
3)	Blank	3	Blu1F3	MAN_52 Blu 1 F3
4)	Sample	4	428f3	MAN_52 A 825428 F3
5)	Blank	5	Blu1F2	MAN_52 Blu 1 F2
6)	Sample	6	428f2	MAN_52 A 825428 F2
7)	Blank	7	Blu1F1	MAN_52 Blu 1 F1
8)	Sample	8	428F1	MAN_52 A 825428 F1
9)	Blank	9	Blu2F3	MAN_52 Blu 2 F3
10)	Sample	10	856f3	MAN_52 A 993856 F3
11)	Blank	11	Blu2F2	MAN_52 Blu 2 F2
12)	Sample	12	856F2	MAN_52 A 993856 F2
13)	Blank	13	Blu2F1	MAN_52 Blu 2 F1
14)	Sample	14	856F1	MAN_52 A 993856 F1

Séquence vérifiée par :49.....

Remarques :

29

Data File Name 1904MixAc01.D
 Data File Path D:\Msd22\2007\Avril\07\1904\
 Operator 49
 Date Acquired 4/19/2007 12:02
 Acq. Method File MAN_52.M
 Sample Name Mix Ac 50
 Vial Number 1
 Misc Info Mix Acétate 002 50ng injecté



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	10,836,103
Etiocholanolone AC	14.29	1.339	272	20,230,020
Androsterone AC	14.54	1.363	272	33,688,913
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.10	1.415	256	19,401,920
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.47	1.450	316	24,332,804
11 KetoEtiocholanolone AC	16.96	1.590	271	24,856,944
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.02	1.783	284	23,256.614

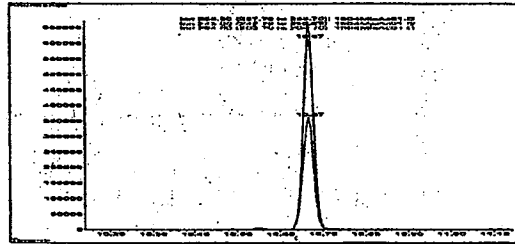
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	11,646,408	107.5
Etiocholanolone AC	257	12,986,628	64.2
Androsterone AC	257	14,550,597	43.2
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	16,838,134	86.8
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	15,152,584	62.3
11 KetoEtiocholanolone AC	191	22,132,402	89.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	13,352,599	57.4

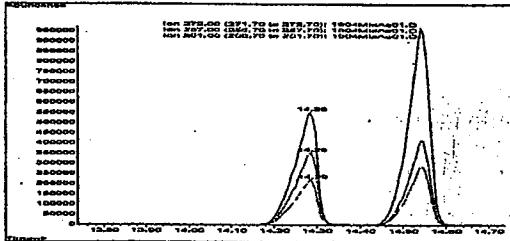
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	6,399,700	59.1
Etiocholanolone AC	201	8,027,361	39.7
Androsterone AC	218	10,490,644	31.1
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	15,236,782	78.5
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	12,531,331	51.5
11 KetoEtiocholanolone AC	286	14,422,066	58.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	6,437,356	27.7

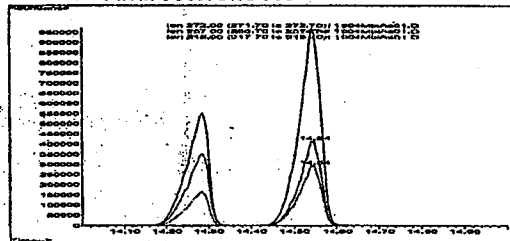
5a Androstanol AC



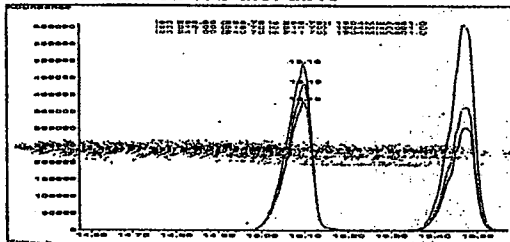
Etiocholanolone AC



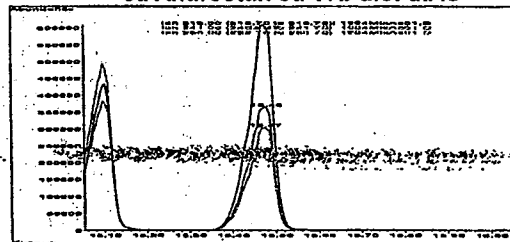
Androsterone AC



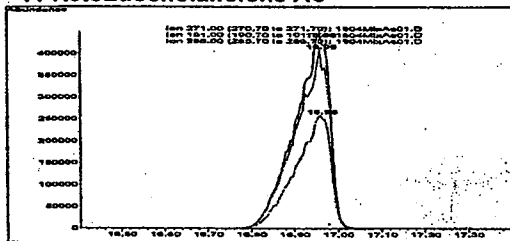
5b Androstan 3a 17b diol diAC



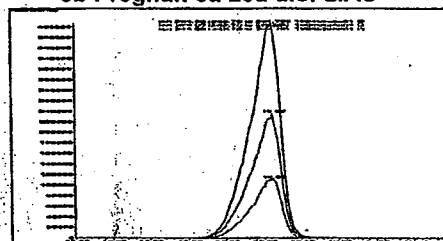
5a Androstan 3a 17b diol diAC



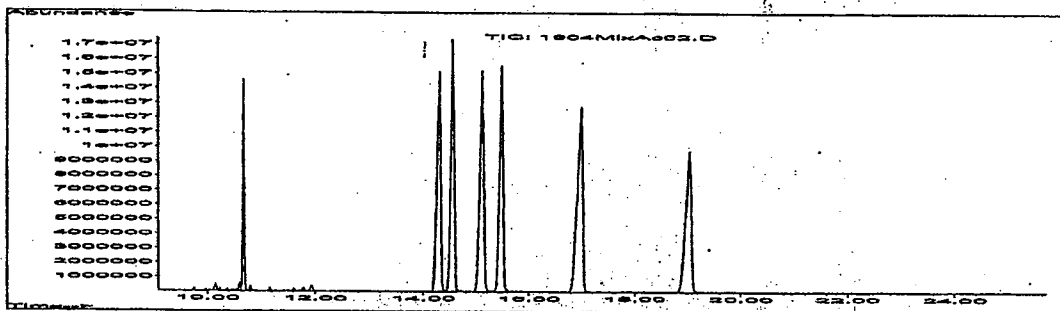
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name 1904MixAc02.D
 Data File Path D:\MsD22\2007\Avrii07\1904\
 Operator 49
 Date Acquired 4/19/2007 12:33
 Acq. Method File MAN_52.M
 Sample Name Mix Ac 100
 Vial Number 2
 Misc Info Mix Acétate 002 100ng injecté



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	21,099,180
Etiocholanolone AC	14.32	1.342	272	38,243,693
Androsterone AC	14.58	1.366	272	63,571,517
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.13	1.418	256	37,961,866
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.51	1.454	316	49,942,763
11 KetoEtiocholanolone AC	17.02	1.595	271	48,955,423
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.08	1.787	284	46,424,780

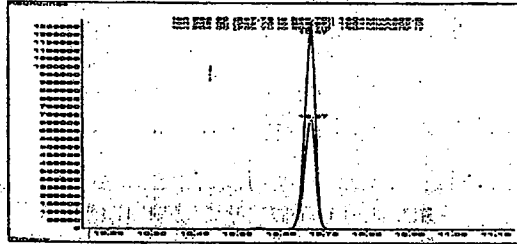
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	22,498,847	106.6
Etiocholanolone AC	257	24,672,655	64.5
Androsterone AC	257	27,963,794	44.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	33,982,361	89.5
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	29,734,044	59.5
11 KetoEtiocholanolone AC	191	41,649,325	85.1
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	26,532,877	57.2

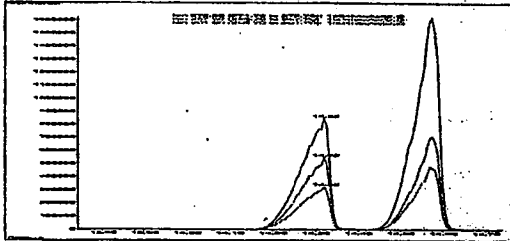
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	12,223,233	57.9
Etiocholanolone AC	201	15,136,571	39.6
Androsterone AC	218	19,689,948	31.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	29,499,659	77.7
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	25,199,810	50.5
11 KetoEtiocholanolone AC	286	29,014,443	59.3
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	12,573,886	27.1

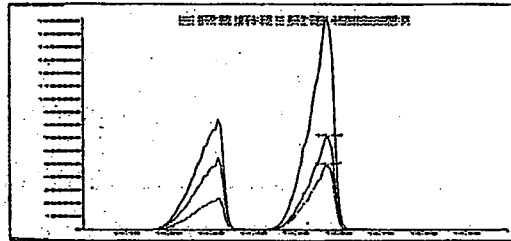
5a Androstanol AC



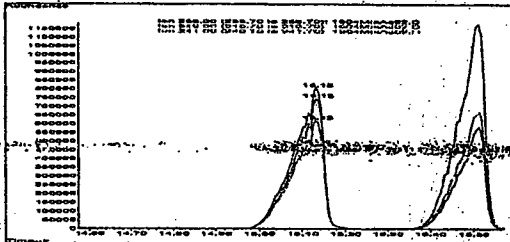
Etiocholanolone AC



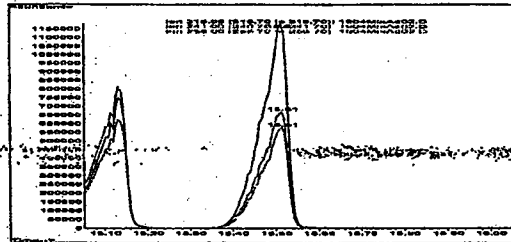
Androsterone AC



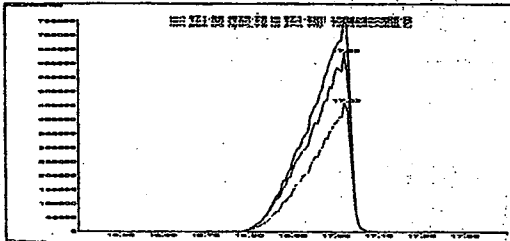
5b Androstan 3a 17b diol diAC



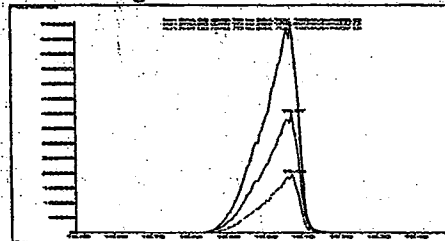
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC

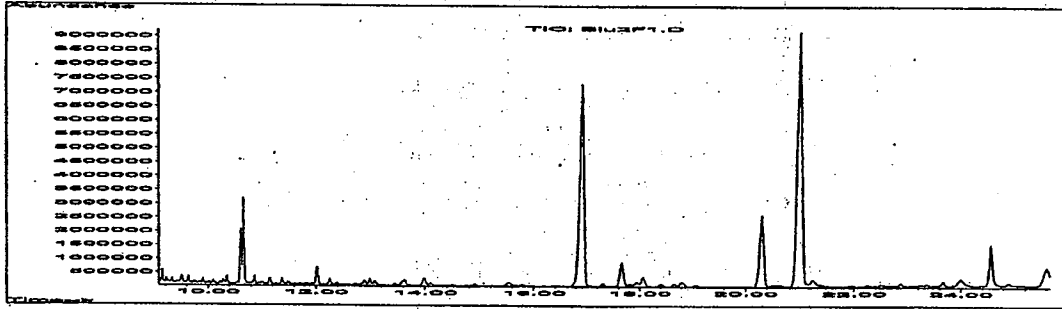


5b Pregnan 3a 20a diol diAC



D:\MsD22\2007\Avril07\1904\Blu2F1.D

Data File Name Blu2F1.D
 Data File Path D:\MsD22\2007\Avril07\1904\
 Operator 49
 Date Acquired 4/19/2007 19:35
 Acq. Method File MAN_52.M
 Sample Name Blu 2 F1
 Vial Number 13
 Misc Info Blanc urinaire 2 Pool 4 Fraction 1 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	3,952,016
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	16.94	1.589	271	20,944,222
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

M2 signal

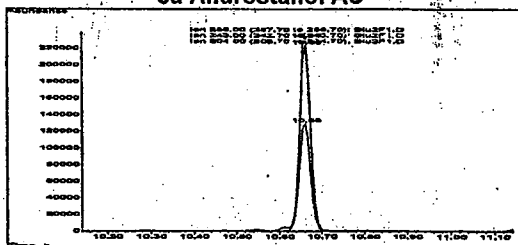
Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	4,205,964	106.4
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	18,852,552	90.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

M3 signal

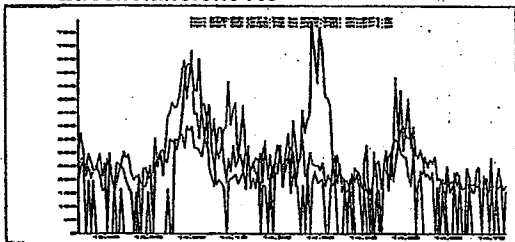
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	2,351,403	59.5
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	12,328,863	58.9
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

34

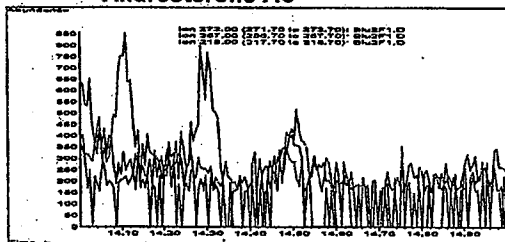
5a Androstanol AC



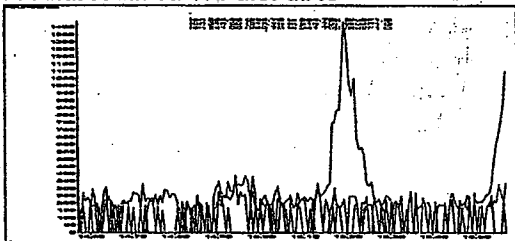
Etiocholanolone AC



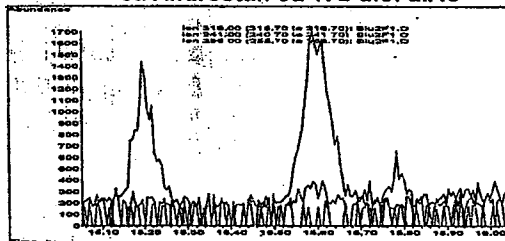
Androsterone AC



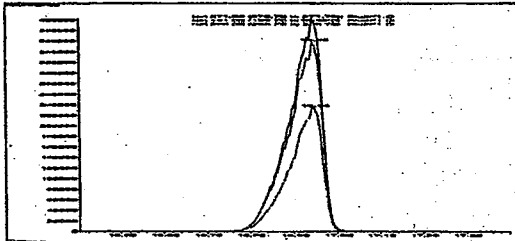
5b Androstan 3a 17b diol diAC



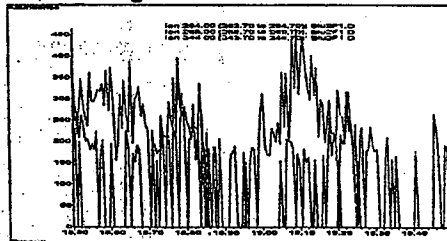
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC

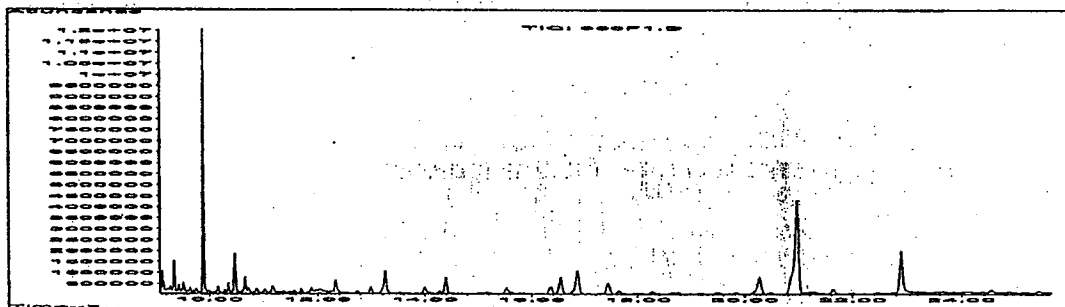


5b Pregnan 3a 20a diol diAC



D:\Msd22\2007\Avril07\1904\856F1.D

Data File Name 856F1.D
 Data File Path D:\Msd22\2007\Avril07\1904\
 Operator 49
 Date Acquired 4/19/2007 20:08
 Acq. Method File MAN_52.M
 Sample Name A 993856 F1
 Vial Number 14
 Misc Info A 993856 Fraction 1 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	721,750
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	16.86	1.582	271	2,481,997
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

M2 signal

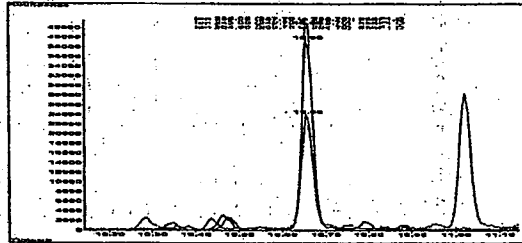
Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	797,057	110.4
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	2,267,483	91.4
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

M3 signal

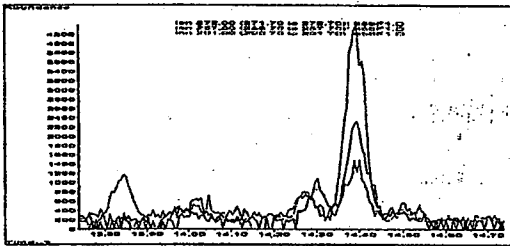
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	481,609	66.7
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	1,495,783	60.3
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

36

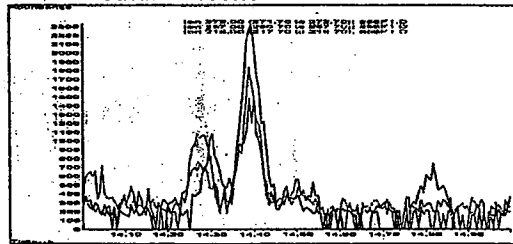
5a Androstanol AC



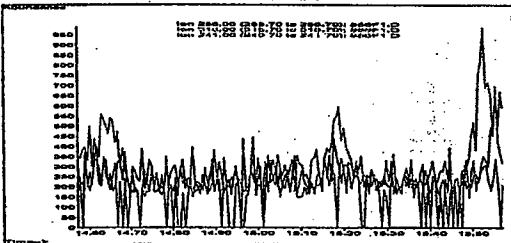
Etiocholanolone AC



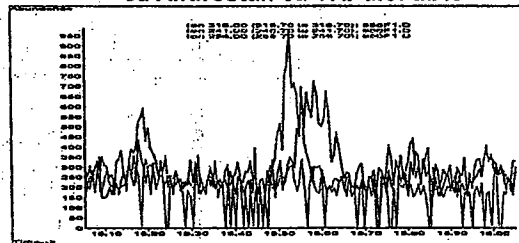
Androsterone AC



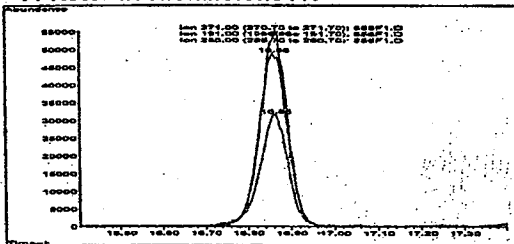
5b Androstan 3a 17b diol diAC



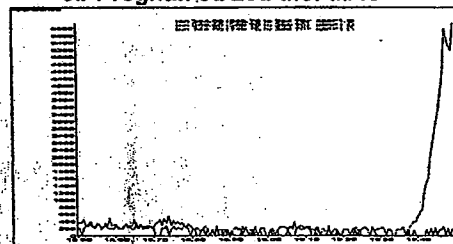
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC

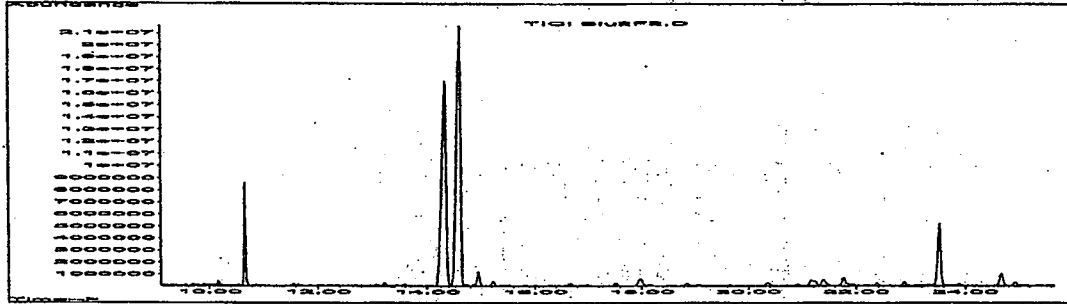


5b Pregnan 3a 20a diol diAC



37

Data File Name Blu2F2.D
 Data File Path D:\Msd22\2007\Avril07\1904\
 Operator 49
 Date Acquired 4/19/2007 18:29
 Acq. Method File MAN_52.M
 Sample Name Blu 2 F2
 Vial Number 11
 Misc Info Blanc urinaire 2 Pool 4 Fraction 2 dans 400µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	11,641,972
Etiocholanolone AC	14.34	1.344	272	49,765,412
Androsterone AC	14.62	1.371	272	100,394,771
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

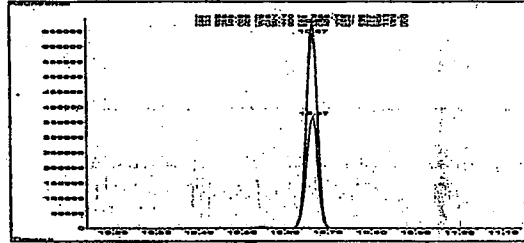
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	12,565,784	107.9
Etiocholanolone AC	257	31,534,538	63.4
Androsterone AC	257	43,249,010	43.1
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

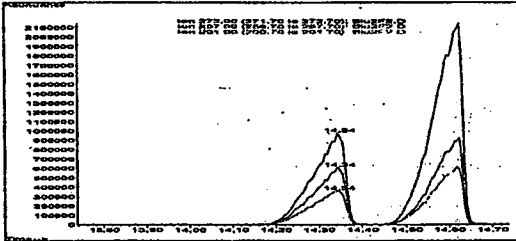
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	6,774,260	58.2
Etiocholanolone AC	201	19,701,277	39.6
Androsterone AC	218	30,991,744	30.9
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

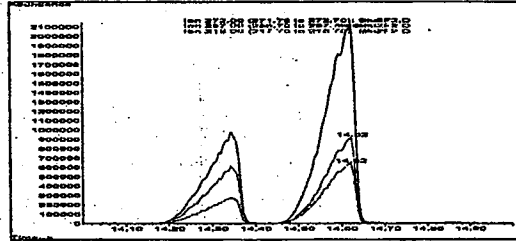
5a Androstanol AC



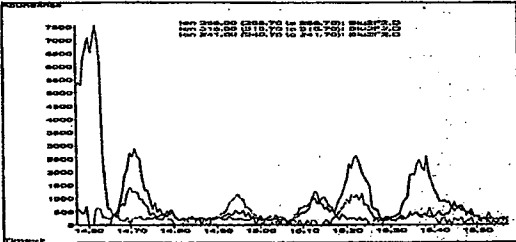
Etiocholanolone AC



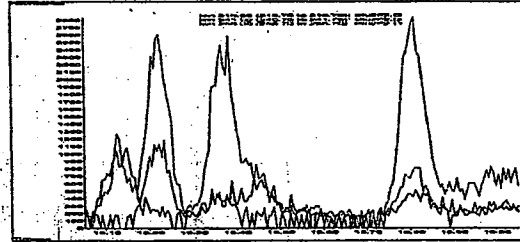
Androsterone AC



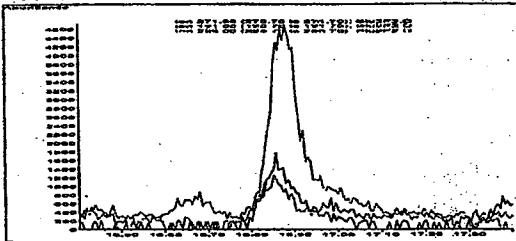
5b Androstan 3a 17b diol diAC



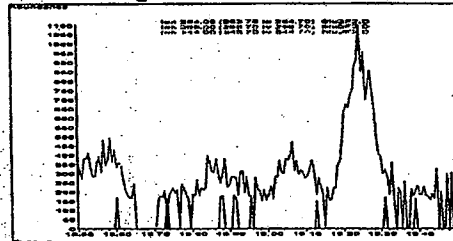
5a Androstan 3a 17b diol diAC



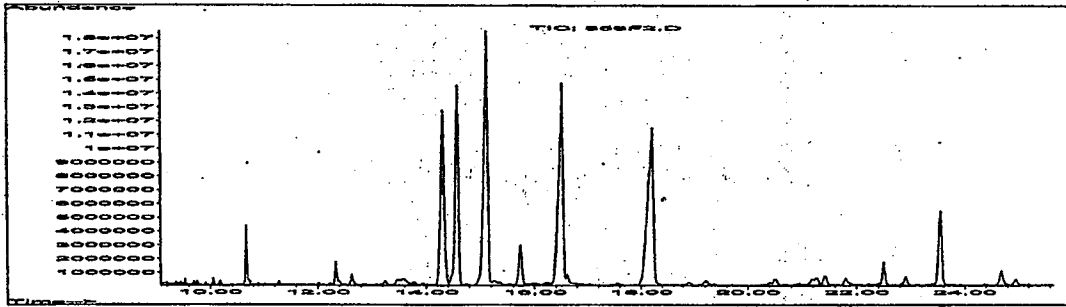
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name 856F2.D
 Data File Path D:\MsD22\2007\Avril07\1904\
 Operator 49
 Date Acquired 4/19/2007 19:03
 Acq. Method File MAN_52.M
 Sample Name A 993856 F2
 Vial Number 12
 Misc Info A 993856 Fraction 2 dans 400µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	5,386,150
Etiocholanolone AC	14.33	1.342	272	29,402,378
Androsterone AC	14.59	1.367	272	51,156,185
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

M2 signal

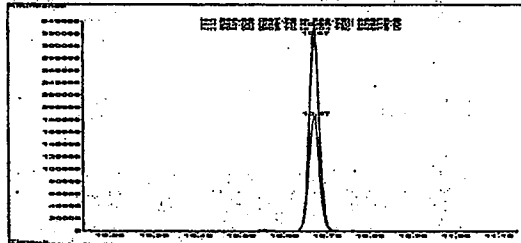
Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	5,810,507	107.9
Etiocholanolone AC	257	18,763,036	63.8
Androsterone AC	257	22,279,324	43.6
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

M3 signal

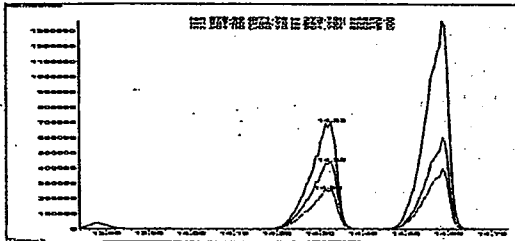
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	3,242,955	60.2
Etiocholanolone AC	201	11,405,652	38.8
Androsterone AC	218	15,573,008	30.4
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

40

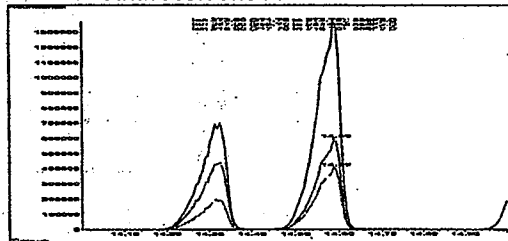
5a Androstanol AC



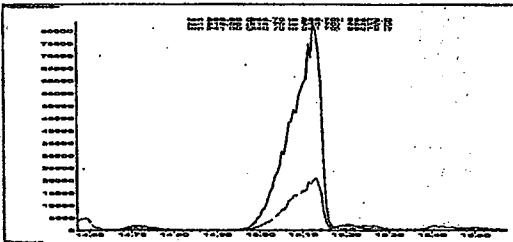
Etiocholanolone AC



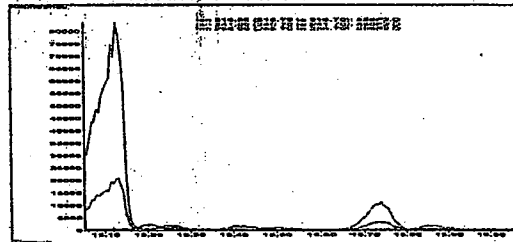
Androsterone AC



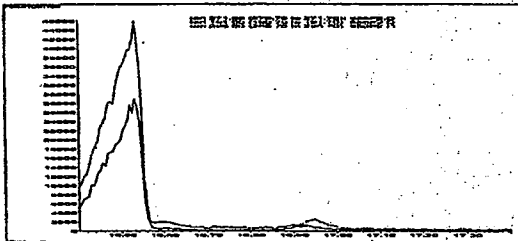
5b Androstan 3a 17b diol diAC



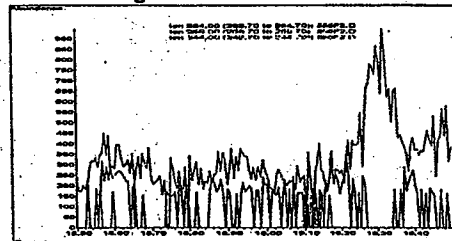
5a Androstan 3a 17b diol diAC



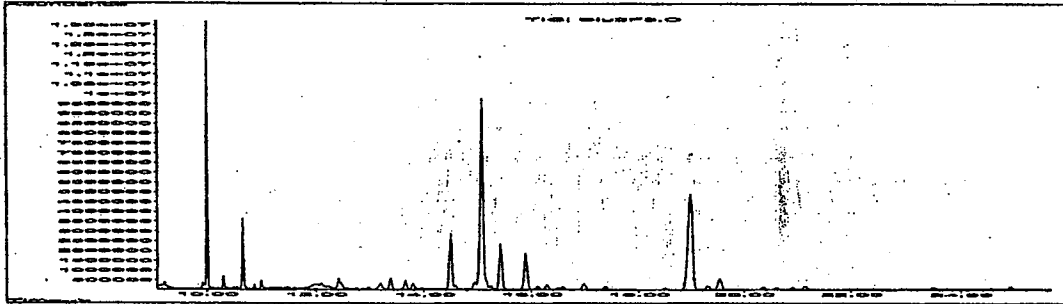
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name Blu2F3.D
 Data File Path D:\MsD22\2007\Avril07\1904\
 Operator 49
 Date Acquired 4/19/2007 17:24
 Acq. Method File MAN_52.M
 Sample Name Blu 2 F3
 Vial Number 9
 Misc Info Blanc urinaire 2 Pool 4 Fraction 3 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	4,655,749
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.09	1.415	256	17,171,340
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.42	1.447	316	4,758,897
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.01	1.783	284	17,786,657

M2 signal

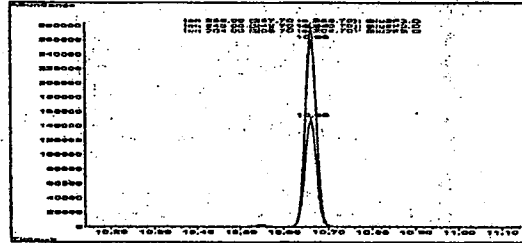
Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	5,006,319	107.5
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	14,549,709	84.7
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	3,149,455	66.2
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	10,255,804	57.7

M3 signal

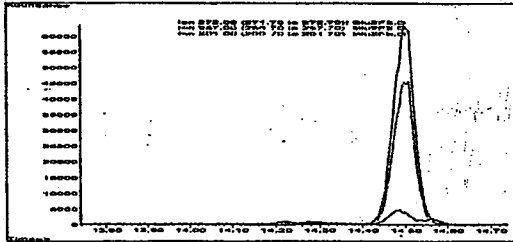
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	2,699,552	58.0
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	13,598,058	79.2
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	2,573,934	54.1
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	4,846,875	27.3

42

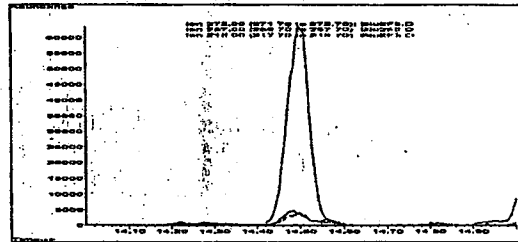
5a Androstanol AC



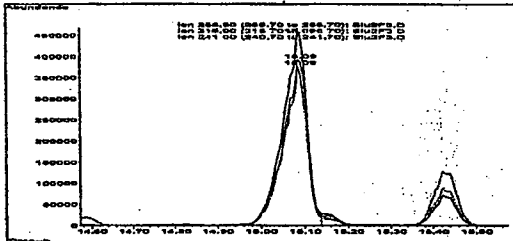
Etiocholanolone AC



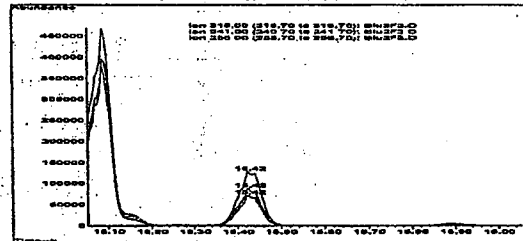
Androsterone AC



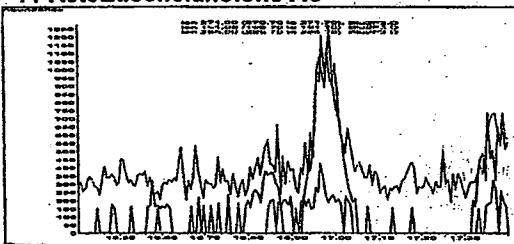
5b Androstan 3a 17b diol diAC



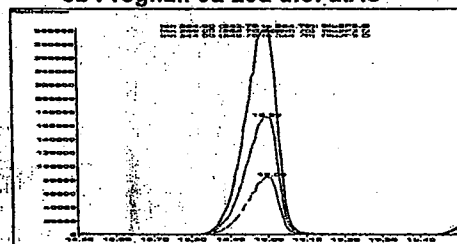
5a Androstan 3a 17b diol diAC



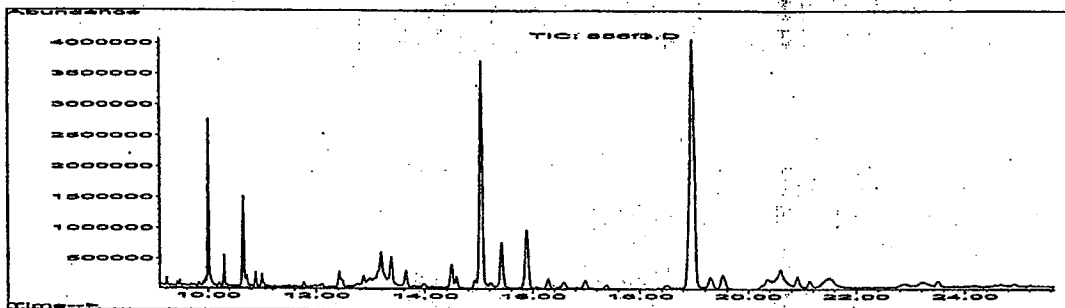
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name 856f3.D
 Data File Path D:\MsD22\2007\Avril07\1904\
 Operator 49
 Date Acquired 4/19/2007 17:57
 Acq. Method File MAN_52.M
 Sample Name A 993856 F3
 Vial Number 10
 Misc Info A 993856 Fraction 3 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	1,765,965
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.05	1.412	256	5,976,401
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.41	1.445	316	1,572,917
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	18.98	1.780	284	13,860,504

M2 signal

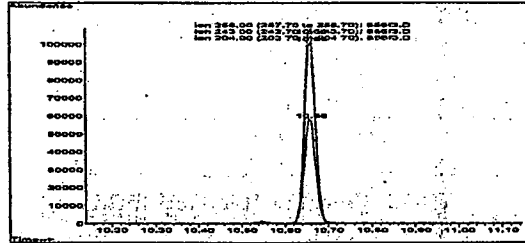
Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	1,914,361	108.4
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	5,052,931	84.5
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	1,053,222	67.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	7,949,605	57.4

M3 signal

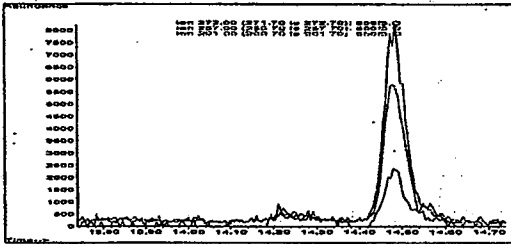
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	1,034,800	58.6
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	4,796,355	80.3
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	865,187	55.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	3,751,452	27.1

44

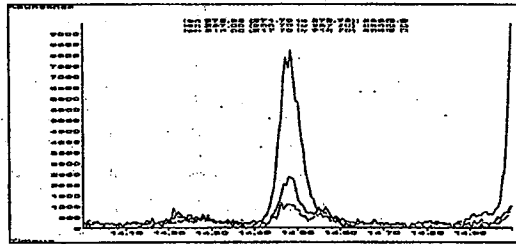
5a Androstanol AC



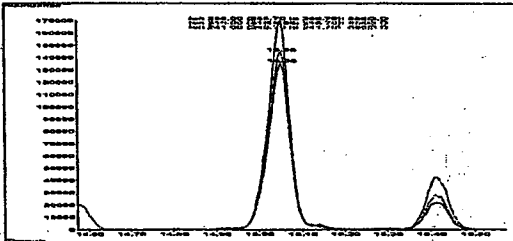
Etiocholanolone AC



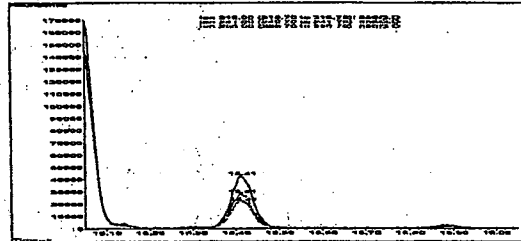
Androsterone AC



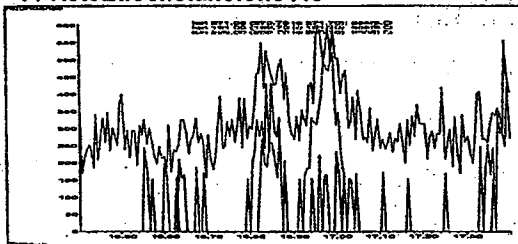
5b Androstan 3a 17b diol diAC



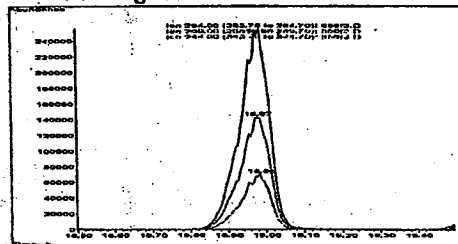
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a-20a diol diAC



45

a f l d Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-11C Version : A Date : 21/03/2007 1/1
		VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CG/SM EN VUE D'UNE CONFIRMATION IRMS

Appareil : MSD 200 Date : 19/04/07

1 - Source d'ionisation et étanchéité du système

MSD Ion 69 ou 219 majoritaire
 Abondance de l'ion 502 > 3%
 18/69 (H2O), 28/69(N2), 32/69(O2), 44/69 (CO2) < 10%

Oui	Non	Code op
x		49
x		49
x		49

Observations :

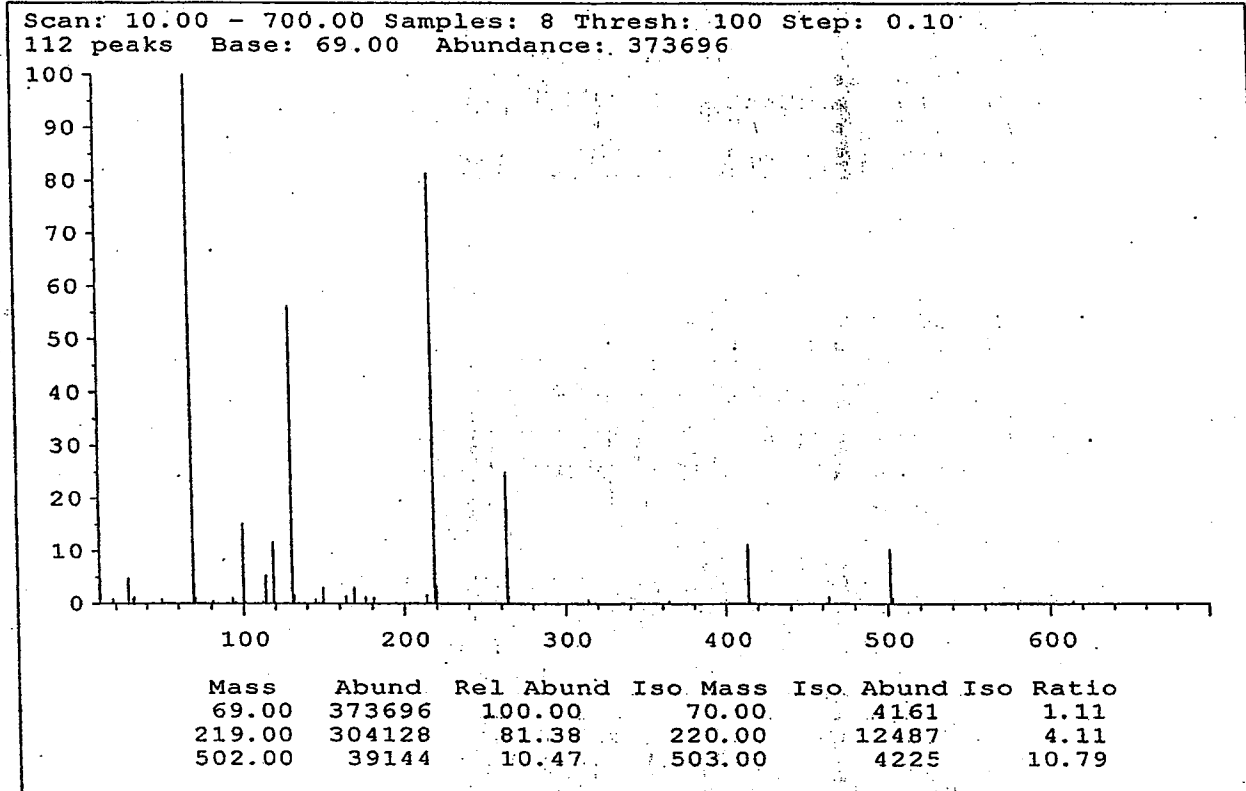
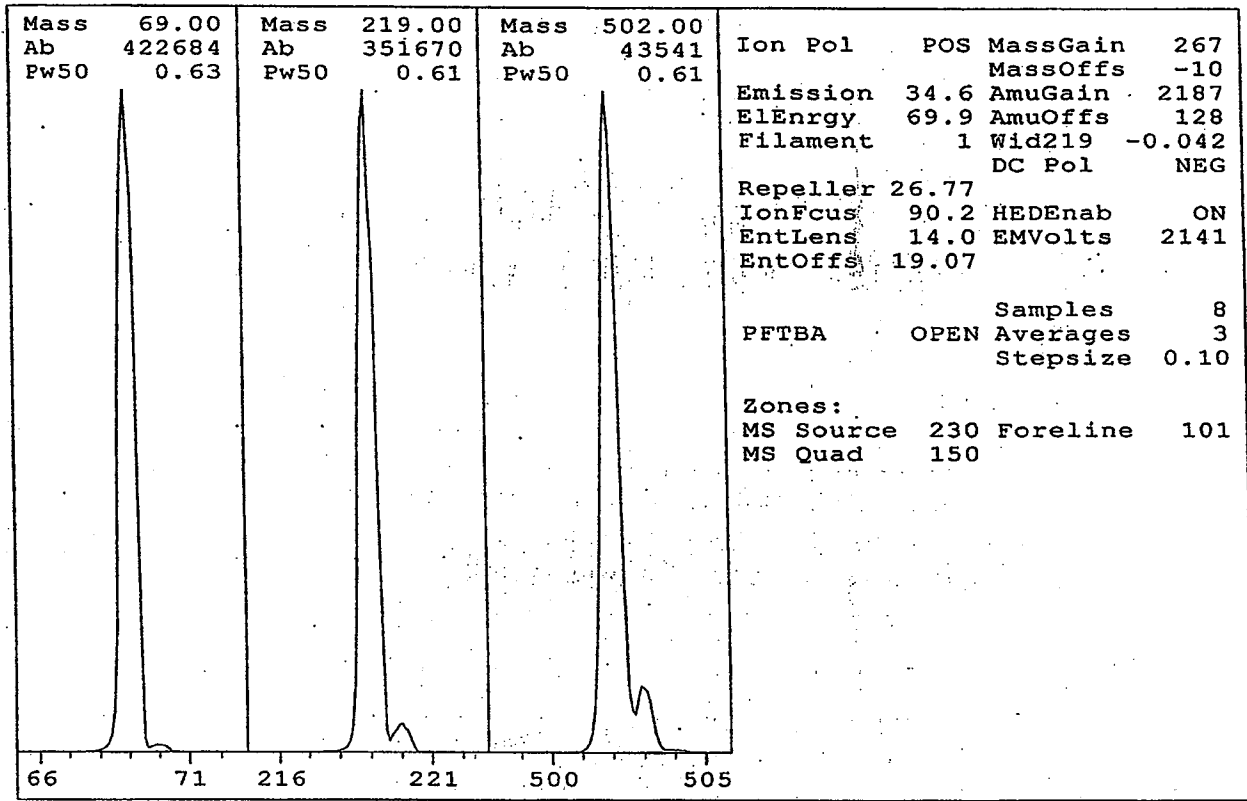
2- Conformité du Mix

	Fichier	Oui	Non	Code op
Mix	1904 Nix Ac 01	x		49
Mix	1904 Nix Ac 02	x		49
Mix				
Mix				
Mix				
Ref				
Ref				
Ref				
Ref				
Ref				

Observations éventuelles du responsable :

Cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-MA-Ech de l'appareil

46



47

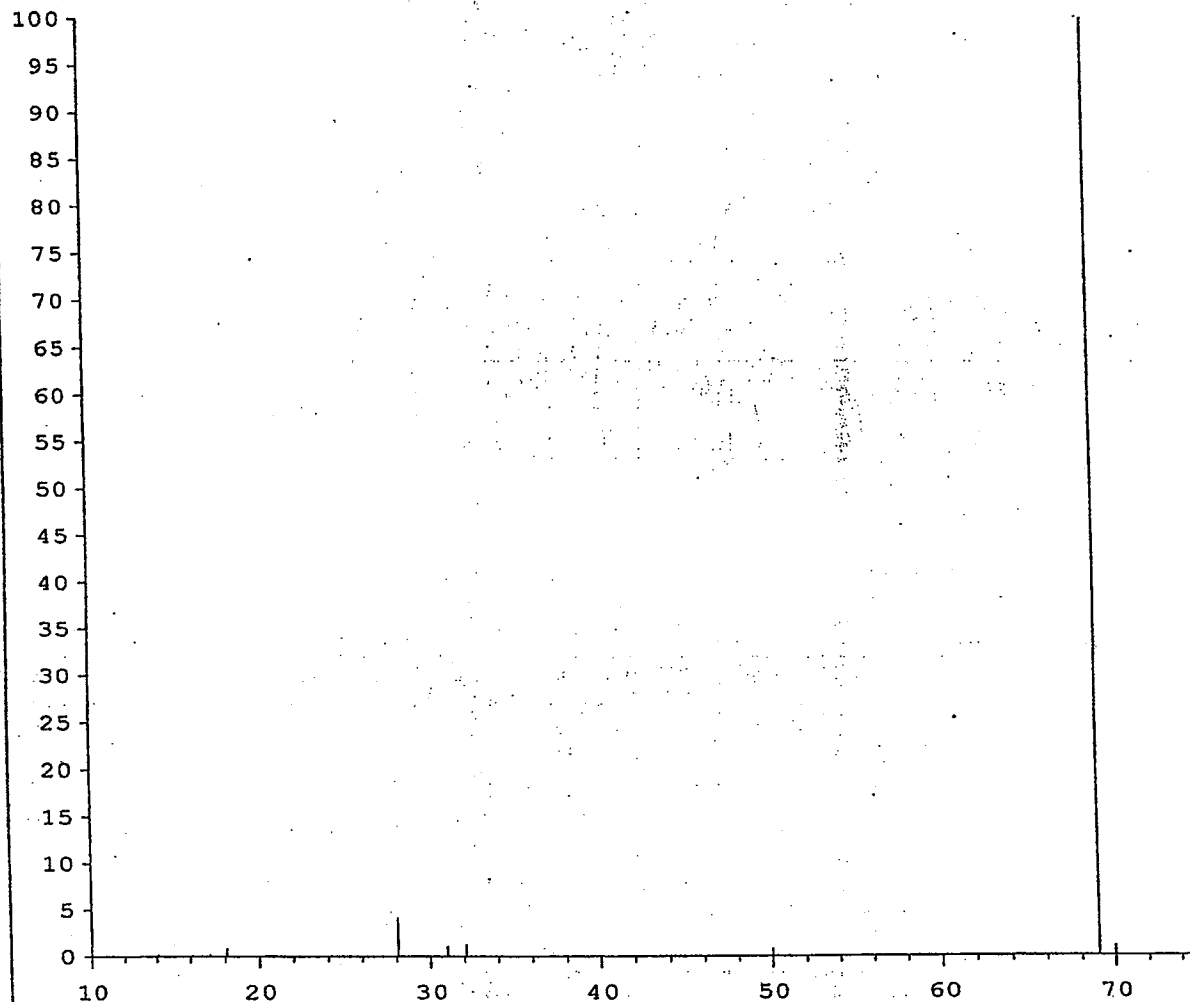
5973 Air and Water Check

Instrument: MSD22

Thu Apr 19 11:49:49 2007

C:\MSDCHEM\1\5973N\

Scan: 10.00 - 75.00 Samples: 8 Thresh: 0 Step: 0.10
67 peaks Base: 69.00 Abundance: 432000



Mass	Abund	Rel Abund	Iso	Mass	Iso	Abund	Iso	Ratio
69.00	432000	100.00		70.00	4626			1.07
18.10	3671	0.85		19.10	61			1.66
28.10	17856	4.13		29.10	148			0.83

Current Params used: ATUNE.U

Relative abundances:

18/69 = 0.85	Water%
28/69 = 4.13	Nitrogen%
32/69 = 1.28	Oxygen%
44/69 = 0.10	Carbon Dioxide%
28/18 = 486.41	Nitrogen/Water%

48

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification :	E-FCR-09
		Version :	B
		Date :	20/09/2006
			1/3
FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE QUALITATIVE GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS			

Echantillon :

Tolérances fixées par l'AMA (document : WADA Technical Document - TD2003IDCR)

Tolérances sur le tr et le trr : +/-1% ou +/- 0,2 min (prendre la plus faible des deux)

COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Pour les abondances relatives > 50% il est admis +/- 10% (en absolu) de variation
 25 < ab < 50% +/- 20% (en relatif)
 < 25% +/- 5% (en absolu)

Calcul des abondances en : Tabulation: Surface: Hauteur:

Standard Interne:

	Mix	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Tr (min)	10,67	10,66	10,67	10,66
Fichier	1904MixAc01	856F1	856F2	856F3

Substance caractérisée : Fichier :

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	16,96	1,590	100	89,0	58,0	16,86	1,582	100	91,4	60,3
Tolérance basse	16,79	1,574		79,0	48,0					
Tolérance haute	17,13	1,606		99,0	68,0					

Concordance des Tr : oui non
 Concordance des Trr : oui non
 Concordance globale des abondances relatives : oui non

Substance caractérisée : Fichier :

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	14,29	1,339	100	64,2	39,7	14,33	1,342	100	63,8	38,8
Tolérance basse	14,15	1,326		54,2	31,8					
Tolérance haute	14,43	1,352		74,2	47,6					

Concordance des Tr : oui non
 Concordance des Trr : oui non
 Concordance globale des abondances relatives : oui non

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification :	E-FCR-09
		Version :	B
		Date :	20/09/2006
FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE QUALITATIVE GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS			

Substance caractérisée : **Androstérone AC**

Fichier : **856F2**

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	14,54	1,363	100	43,2	31,1	14,59	1,367	100	43,6	30,4
Tolérance basse	14,39	1,349		34,6	24,9					
Tolérance haute	14,69	1,377		51,8	37,3					

Concordance des Tr : oui non
 Concordance des Trr : oui non
 Concordance globale des abondances relatives : oui non

COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIG.

Substance caractérisée : **5b Androstane-3a,17b-diol diAC**

Fichier : **856F3**

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	15,10	1,415	100	86,8	78,5	15,05	1,412	100	84,5	80,3
Tolérance basse	14,95	1,401		76,8	68,5					
Tolérance haute	15,25	1,429		96,8	88,5					

Concordance des Tr : oui non
 Concordance des Trr : oui non
 Concordance globale des abondances relatives : oui non

Substance caractérisée : **5a Androstane-3a,17b-diol diAC**

Fichier : **856F3**

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	15,47	1,450	100	62,3	51,5	15,41	1,445	100	67,0	55,0
Tolérance basse	15,32	1,436		52,3	41,5					
Tolérance haute	15,62	1,465		72,3	61,5					

Concordance des Tr : oui non
 Concordance des Trr : oui non
 Concordance globale des abondances relatives : oui non

Substance caractérisée : **5b Prégnane-3a,20a-diol diAC**

Fichier : **856F3**

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	19,02	1,783	100	57,4	27,7	18,98	1,780	100	57,4	27,1
Tolérance basse	18,83	1,765		47,4	22,2					
Tolérance haute	19,21	1,801		67,4	33,2					

Concordance des Tr : oui non
 Concordance des Trr : oui non
 Concordance globale des abondances relatives : oui non

50

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification :	E-FCR-09
		Version :	B
		Date :	20/09/2006
			3/3
FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE QUALITATIVE GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS			

Substance caractérisée :

Fichier :

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
			100					100		
Tolérance basse										
Tolérance haute										

Concordance des Tr : oui non
 Concordance des Trr : oui non
 Concordance globale des abondances relatives : oui non

COPIE CERTIFIÉE
 CONFORME DES DONNÉES
 ET FORMULAIRES ORIGINAUX

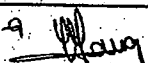
Substance caractérisée :

Fichier :

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
			100					100		
Tolérance basse										
Tolérance haute										

Concordance des Tr : oui non
 Concordance des Trr : oui non
 Concordance globale des abondances relatives : oui non

Paraphe et code opérateur :

49 

Partie à remplir par le responsable :

Caractérisation formelle de tous les analytes : oui non

Paraphe et code opérateur :

10 CB

Date: 21/04/07

Observations :

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation de l'échantillon

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN -41 Version : B Date :28/10/2005 1 / 2
MODE OPERATOIRE D'ANALYSE POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR CPG/C/SMRI		

COLONNE

Type: DB17-MS JW Scien 122.4732
 Longueur: 30m
 Diamètre interne: 0.25mm
 Epaisseur du film: 0.25µm

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

INJECTION

Mode: Splitless (insert splitless)
 Température injecteur: 280°C
 Volume injecté: 1µl-4µl
 Solvants de rinçage ALS: Solvant A: Acétonitrile
 Solvant B: Hexane

APPLICABLE le

28 OCT. 2005

CONDITIONS GC

Température initiale: 70°C pendant 1 min
 Gradient de température: 70->271°C à 30°C/min
 271°C->281°C à 0.6°C/min
 281°C pendant 3 min
 281->300°C à 5°C/min
 300°C pendant 5 min
 Temps d'analyse: 45 min
 Pression constante: Ajuster le SI à environ 870s

INTERFACE

Piège à eau: -100°C
 Ligne de transfert: 350°C
 Four à combustion: 850°C

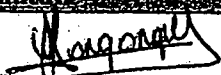
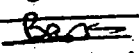
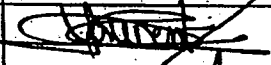
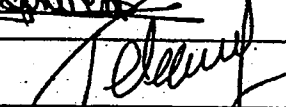
CONFIDENTIEL

CONDITIONS SM

Mode d'acquisition: ions 44, 45 et 46
 Programmation de l'acquisition: Temps d'acquisition total:2580s
 à 100s RG open
 à 130s RG close
 à 160s RG open
 à 190s RG close
 à 220s RG open
 à 250s RG close
 à 750s HS close
 à 2000s HS open
 à 2400s RG open
 à 2430s RG close
 à 2460s RG open
 à 2490s RG close
 à 2510s RG open
 à 2540s RG close

52

LNDD	MODE OPÉRATEUR	Codification : M-AN -41 Version : B Date : 28/10/2005 2 / 2
MODE OPERATOIRE D'ANALYSE POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR CPG/C/SMRI		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	28/10/2005	
vérifié par	Caroline BASTIEN	28/10/2005	
vérifié par	Aurélien LAURENT	28/10/2005	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	28/10/2005	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	27/05/2002
A	Acceptation du projet après conversion du tr du SI en seconde, création de la version A	14/10/2002
B	Révision biennale	28/10/2005

CONFIDENTIEL

a f l d Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-INFO Version : D Date : 05/10/2006 1/1
		COMPLEMENT TRANSITOIRE D'UN DOCUMENT QUALITE

Cet enregistrement n'est à utiliser que si la modification est URGENTE et majeure et/ou conséquente et/ou applicable à plusieurs documents

Référence(s) du(des document(s) qualité concerné(s) : **N-AN-41 (Vers: B)**

Durée d'application de la modification:

TEMPORAIRE, date de début d'application : date de fin d'application:

DEFINITIVE (modification à apporter dans la prochaine version du(des)doc.concerné(s))

date de début d'application: **15/10/07**

Modification apportée :

CONFIDENTIEL

- Pour analyser la Testostérone xule, modification des conditions Sn au niveau de la programmation de l'acquisition (N-AN41B pour l'instrument) :

100	RG	open	2430	RG	close
130	RG	close	2460	RG	open
160	RG	open	2490	RG	close
190	RG	close	2510	RG	open
220	RG	open			
250	RG	close			
750	HS	close			
1150	HS	open			
1300	HS	close			
2000	HS	open			

ASSURANCE QUALITÉ
a f l d
Département des Analyses

VISA DU RESPONSABLE TECHNIQUE:

[Signature]

Identification par un NUMERO. 95
et validation de cet enregistrement par l'Assurance Qualité (tampon)

L'original de cet enregistrement est à archiver vivant à l'Assurance Qualité

Masslynx - Sample List

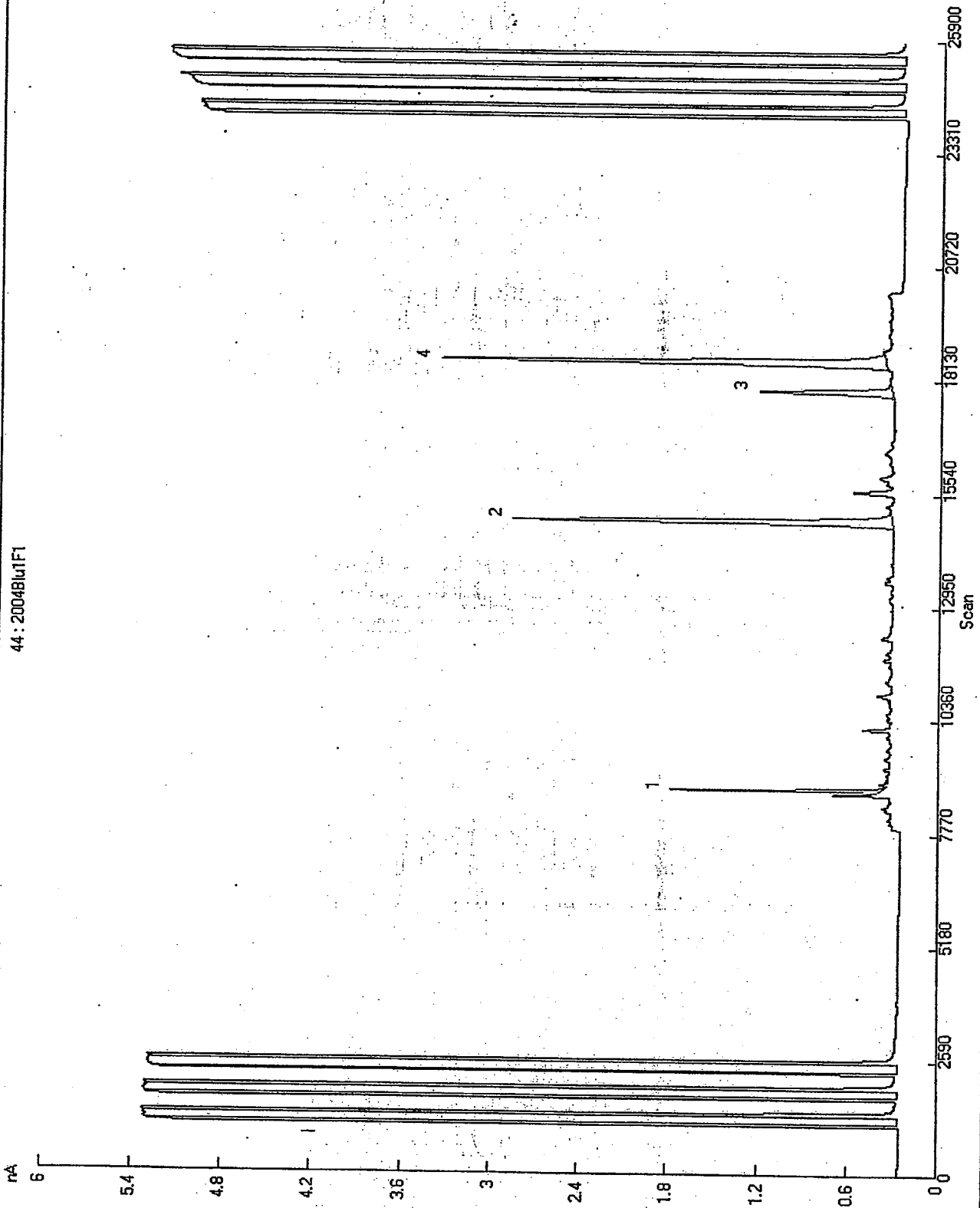
Sample List: C:\Masslynx Projects\contrôle2007.PRO\SampleDB\2004.spl
 Printed: Sat Apr 21 08:52:02 2007

File Name	File Text	MS File	Inlet File	Bottle	Inject Volume	Process	Process Options
1 2004stabilite1	test de stabilite	Co2 stab	Do Nothing	1	0.000	IsoPrimeDP	--
2 2004stabilite2	test de stabilite	Co2 stab	Do Nothing	1	0.000	IsoPrimeDP	--
3 2004stabilite3	test de stabilite	Co2 stab	Do Nothing	1	0.000	IsoPrimeDP	--
4 2004MixCalIRMS01	test de performance Mix Cal IRMS 005	M-AN38B	M-AN38b	1	10.000	IsoPrimeDP	--
5 2004MixCalIRMS02	test de performance Mix Cal IRMS 005	M-AN38B	M-AN38b	1	10.000	IsoPrimeDP	--
6 2004MixCalIRMS03	test de performance Mix Cal IRMS 005	M-AN38B	M-AN38b	1	10.000	IsoPrimeDP	--
7 2004MixCalAcetate01	Calibration Mix Cal Acetate 001C	M-AN41	M-AN41	2	10.000	IsoPrimeDP	--
8 2004Blu1F3	Blanc urinaire 1 pool 4 Fraction 3/45ul	M-AN41	M-AN41	3	30.000	IsoPrimeDP	--
9 2004856F3	A 993856 F3/15ul	M-AN41	M-AN41	4	30.000	IsoPrimeDP	--
10 2004856F3-2	A 993856 F3/15ul	M-AN41	M-AN41	4	20.000	IsoPrimeDP	--
11 2004Blu1F2	Blanc urinaire 1 pool 4 Fraction 2/750ul	M-AN41	M-AN41	5	20.000	IsoPrimeDP	--
12 2004856F2	A 993856 F2/470ul	M-AN41	M-AN41	6	20.000	IsoPrimeDP	--
13 2004Blu1F1	Blanc urinaire 1 pool 4 Fraction 1/65ul	M-AN41	M-AN41	7	10.000	IsoPrimeDP	--
14 2004856F1	A 993856 F1/20ul	M-AN41	M-AN41	8	30.000	IsoPrimeDP	--
15 2004Blu2F3	Blanc urinaire 2 Pool4 F3/45ul	M-AN41	M-AN41	9	30.000	IsoPrimeDP	--
16 2004425F3	A 825425 F3/20ul	M-AN41	M-AN41	10	30.000	IsoPrimeDP	--
17 2004Blu2F2	Blanc urinaire 2 Pool4 F2/750ul	M-AN41	M-AN41	11	20.000	IsoPrimeDP	--
18 2004425F2	A 825425 F2/350ul	M-AN41	M-AN41	12	30.000	IsoPrimeDP	--
19 2004Blu2F1	Blanc urinaire 2 Pool4 F1/75ul	M-AN41	M-AN41	13	10.000	IsoPrimeDP	--
20 2004425F1	A 825425 F1/75ul	M-AN41	M-AN41	14	10.000	IsoPrimeDP	--
21 2004MixCalAcetate02	Calibration Mix Cal Acetate 001C	M-AN41	M-AN41	2	10.000	IsoPrimeDP	--

Séquence vérifiée par : 49/12

Remarques :

44 : 200481u1F1



5k

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004Blu1F1.raw	Acquisition Date: 20/4/07 16:51
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2004.sp1	Injection Volume: 10
Line: 13	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: Blanc urinaire 1 pool 4 Fraction 1/65ul	

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2 Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta					Molecular delta	
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:		
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB		
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB		

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.03	127.7	1.1679E-02	3.8125E-03
2	5.04	187.5	1.1679E-02	3.8120E-03
3	5.01	247.5	1.1680E-02	3.8113E-03
8	4.71	2427.5	1.1680E-02	3.8126E-03
9	4.78	2487.4	1.1681E-02	3.8122E-03
10	4.92	2547.4	1.1680E-02	3.8120E-03

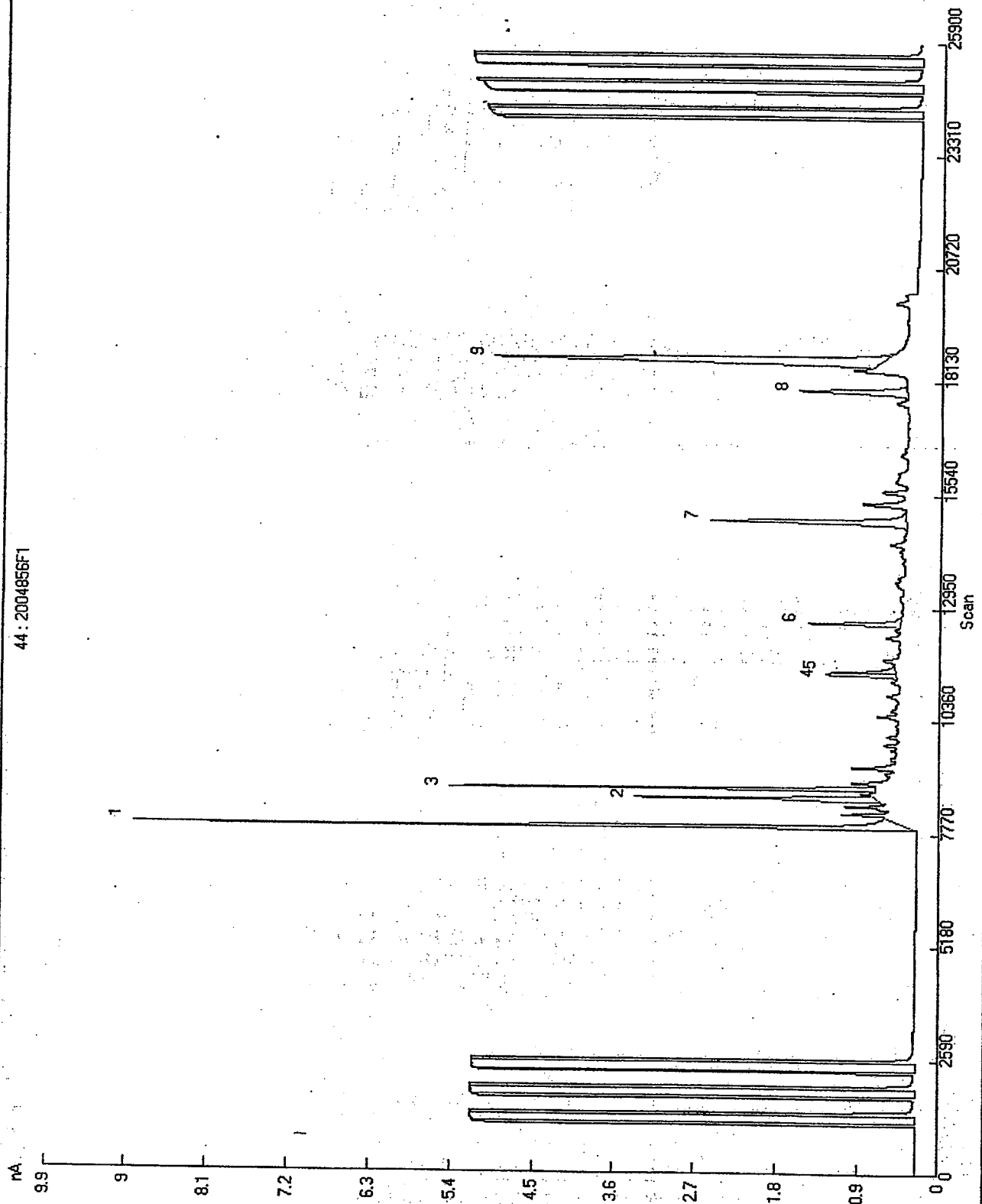
Mean: 1.1680E-02 3.8121E-03
 Std Dev of fit (%): 0.03 0.12

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O
1	127.7	1.39	6.3121E-09	1.1731E-02	4.39	-30.82	3.7028E-03	-28.67	-48.13	w.r.t. SMOW
2	187.5	2.54	2.5269E-08	1.1800E-02	10.31	-24.72	3.7022E-03	-28.83	-48.31	-18.76
3	1790.6	0.89	8.7836E-09	1.1789E-02	9.35	-25.70	3.7021E-03	-28.87	-48.34	-18.94
4	1860.4	2.98	3.2655E-08	1.1798E-02	10.15	-24.69	3.7027E-03	-28.73	-48.21	-18.83

57

44 : 2004856FT



58

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004856F1.raw	Acquisition Date: 20/4/07 17:36
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2004.sp	Injection Volume: 30
Line: 14	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: A 993856 F1/20ul	

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2 Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta		Molecular delta			
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-38.3	delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.08	PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.93	127.6	1.1679E-02	3.8124E-03
2	4.92	187.4	1.1679E-02	3.8117E-03
3	4.91	247.4	1.1679E-02	3.8109E-03
13	4.79	2427.5	1.1681E-02	3.8117E-03
14	4.86	2487.5	1.1680E-02	3.8120E-03
15	4.97	2547.5	1.1680E-02	3.8121E-03

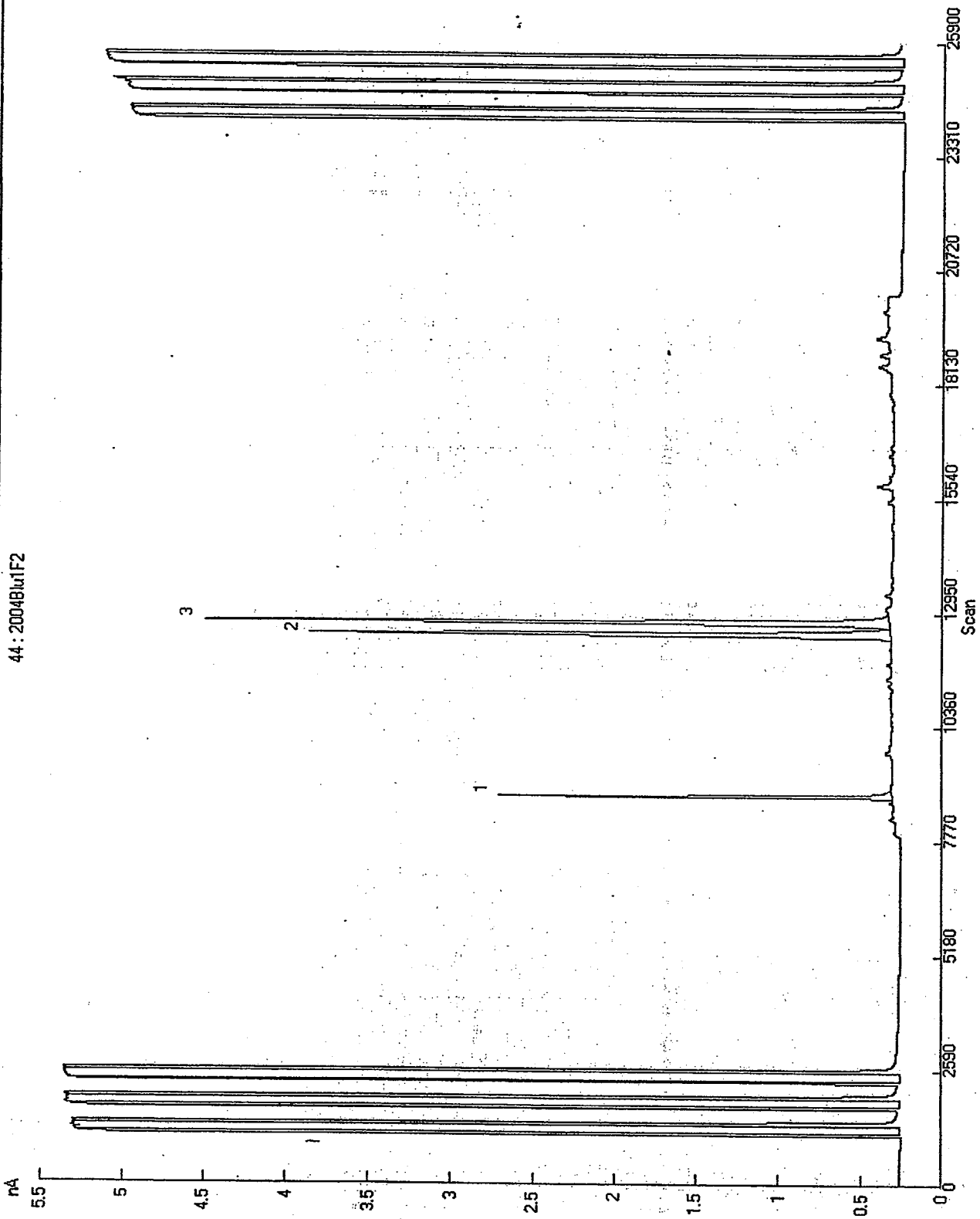
Mean: 1.1680E-02 3.8118E-03
 Std Dev of fit (%): 0.03 0.14

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O w.r.t. SMOW
1	794.1	8.58	4.8625E-08	1.1654E-02	-2.22	-37.64	3.7027E-03	-28.60	-48.05	-18.67
2	860.5	2.64	1.6566E-08	1.1735E-02	4.76	-30.44	3.7029E-03	-28.56	-48.03	-18.65
3	889.9	4.71	2.1858E-08	1.1725E-02	3.86	-31.38	3.7028E-03	-28.57	-48.03	-18.66
4	1144.5	0.78	4.9113E-09	1.1696E-02	1.42	-33.86	3.7000E-03	-29.33	-48.77	-19.42
5	1149.1	0.75	5.1482E-09	1.1678E-02	-0.14	-35.57	3.7117E-03	-28.26	-45.76	-16.31
6	1262.2	1.03	7.5466E-09	1.1746E-02	5.68	-29.47	3.6989E-03	-29.61	-49.06	-19.71
7	1485.5	2.16	2.0585E-08	1.1808E-02	10.96	-24.06	3.7010E-03	-29.08	-48.55	-19.19
8	1794.3	1.19	1.2158E-08	1.1783E-02	8.82	-26.24	3.7004E-03	-29.24	-48.70	-19.35
9	1867.7	4.34	5.4511E-08	1.1800E-02	10.31	-24.71	3.7020E-03	-28.82	-48.30	-18.93

59

44: 2004BulIF2



Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004Blu1F2.raw	Acquisition Date: 20/4/07 15:22
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2004.spl	Injection Volume: 20
Line: 11	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: Blanc urinaire 1 pool 4 Fraction 2/750ul	

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2 Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
	Elemental delta		Molecular delta		
	Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:
Ratio 1:	13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB
Ratio 2:	18O	-20	delta 46	-20.06	PDB

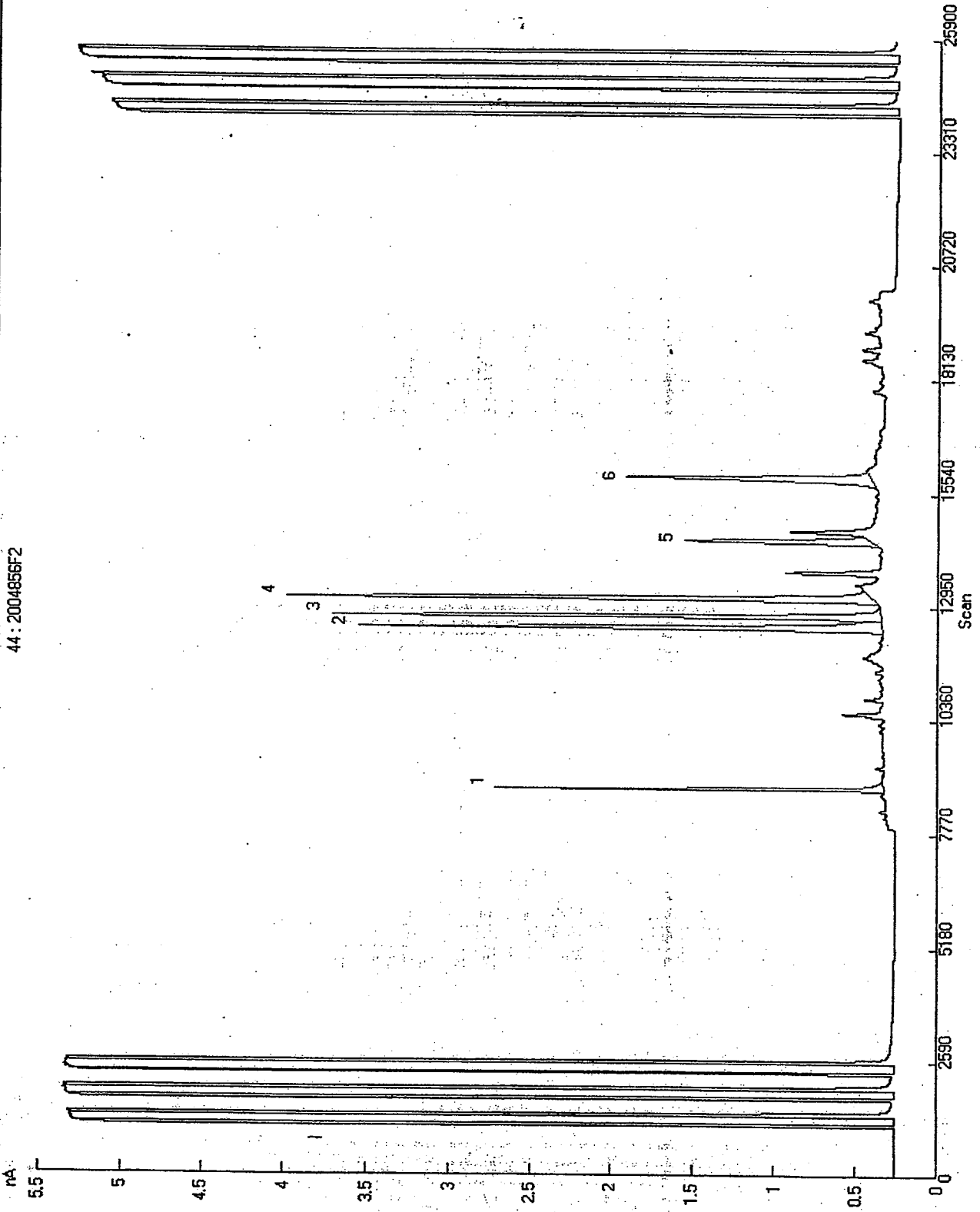
Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.04	127.7	1.1680E-02	3.8119E-03
2	5.08	187.5	1.1680E-02	3.8114E-03
3	5.09	247.6	1.1680E-02	3.8105E-03
7	4.72	2427.5	1.1681E-02	3.8127E-03
8	4.75	2487.4	1.1680E-02	3.8133E-03
9	4.87	2547.5	1.1680E-02	3.8134E-03

Mean: 1.1680E-02 3.8122E-03
 Std Dev of fit (%): 0.03 0.16

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	127.7	2.40	1.1535E-08	1.1733E-02	4.53	-30.67	3.7014E-03	-28.97	-48.43	-19.07
2	187.5	3.54	3.0019E-08	1.1792E-02	9.60	-25.46	3.7026E-03	-28.73	-48.20	-18.83
3	247.6	4.18	3.2873E-08	1.1802E-02	10.39	-24.66	3.7030E-03	-28.63	-48.10	-18.73

44 : 2004856F2



Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004858F2.raw	Acquisition Date: 20/4/07 16:07
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2004.spl	Injection Volume: 20
Line: 12	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: A 993856 F2/470ul	

Reference standard Species: CO2 by CF (uncalibrated) Gas: CO2 Uncalibrated CO2 Ratio type: Elemental Deconvolution: Craig Elemental delta Label: Value: Molecular delta Label: Value: wrt: Ratio 1: 13C -38.3 delta 45 -34.83 PDB Ratio 2: 18O -20 delta 46 -20.06 PDB	Corrections Equilibrium correction: None
---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	----------------------------------------------------

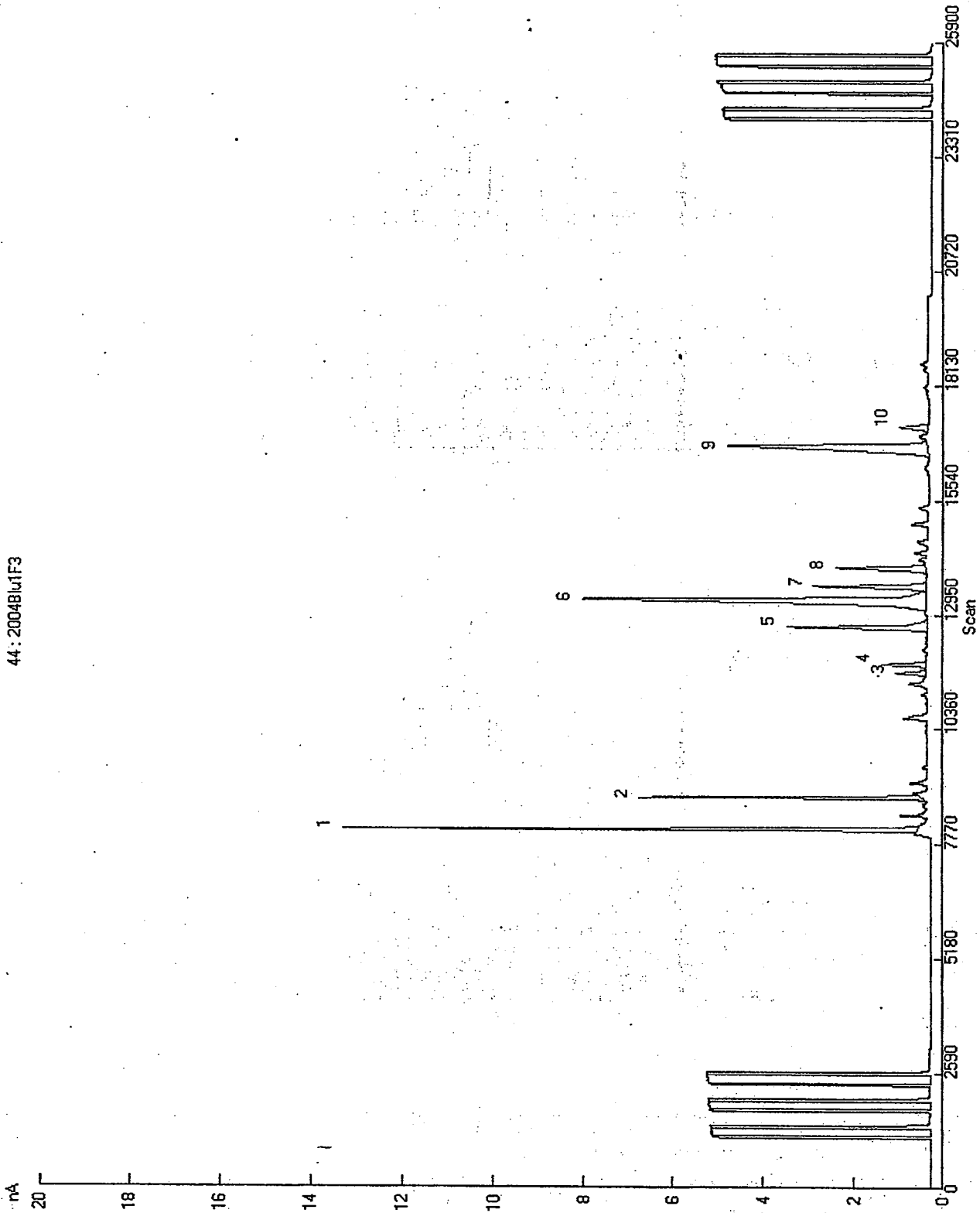
Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.03	127.7	1.1680E-02	3.8118E-03
2	5.06	187.5	1.1680E-02	3.8112E-03
3	5.07	247.5	1.1680E-02	3.8107E-03
10	4.81	2427.6	1.1680E-02	3.8118E-03
11	4.89	2487.5	1.1681E-02	3.8129E-03
12	5.03	2547.6	1.1680E-02	3.8128E-03

Mean: 1.1680E-02 3.8119E-03
 Std Dev of fit (%): 0.02 0.15

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	127.7	2.38	1.1447E-08	1.1735E-02	4.70	-30.51	3.7029E-03	-28.52	-47.99	-18.61
2	187.5	3.21	2.7415E-08	1.1795E-02	9.83	-25.21	3.7015E-03	-28.93	-48.40	-19.04
3	247.5	3.33	2.5339E-08	1.1806E-02	10.74	-24.77	3.7016E-03	-28.93	-48.40	-19.03
4	1317.5	3.58	2.9521E-08	1.1704E-02	2.05	-33.22	3.7011E-03	-29.05	-48.60	-19.13
5	1447.7	1.14	1.1137E-08	1.1750E-02	6.00	-29.15	3.7001E-03	-29.33	-48.78	-19.43
6	1592.7	1.50	1.6909E-08	1.1739E-02	4.99	-30.18	3.6997E-03	-29.46	-48.91	-19.56

44: 2004BlutF3



64

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004Blu1F3.raw	Acquisition Date: 20/4/07 13:08
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2004.spl	Injection Volume: 30
Line: 8	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: Blanc urinaire 1 pool 4 Fraction 3/45ul	

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2 Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta					Molecular delta	
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:		
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB		
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB		

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.86	127.5	1.1681E-02	3.8115E-03
2	4.93	187.4	1.1681E-02	3.8105E-03
3	4.95	247.4	1.1681E-02	3.8096E-03
14	4.62	2427.4	1.1681E-02	3.8126E-03
15	4.68	2487.3	1.1681E-02	3.8132E-03
16	4.79	2547.4	1.1681E-02	3.8134E-03

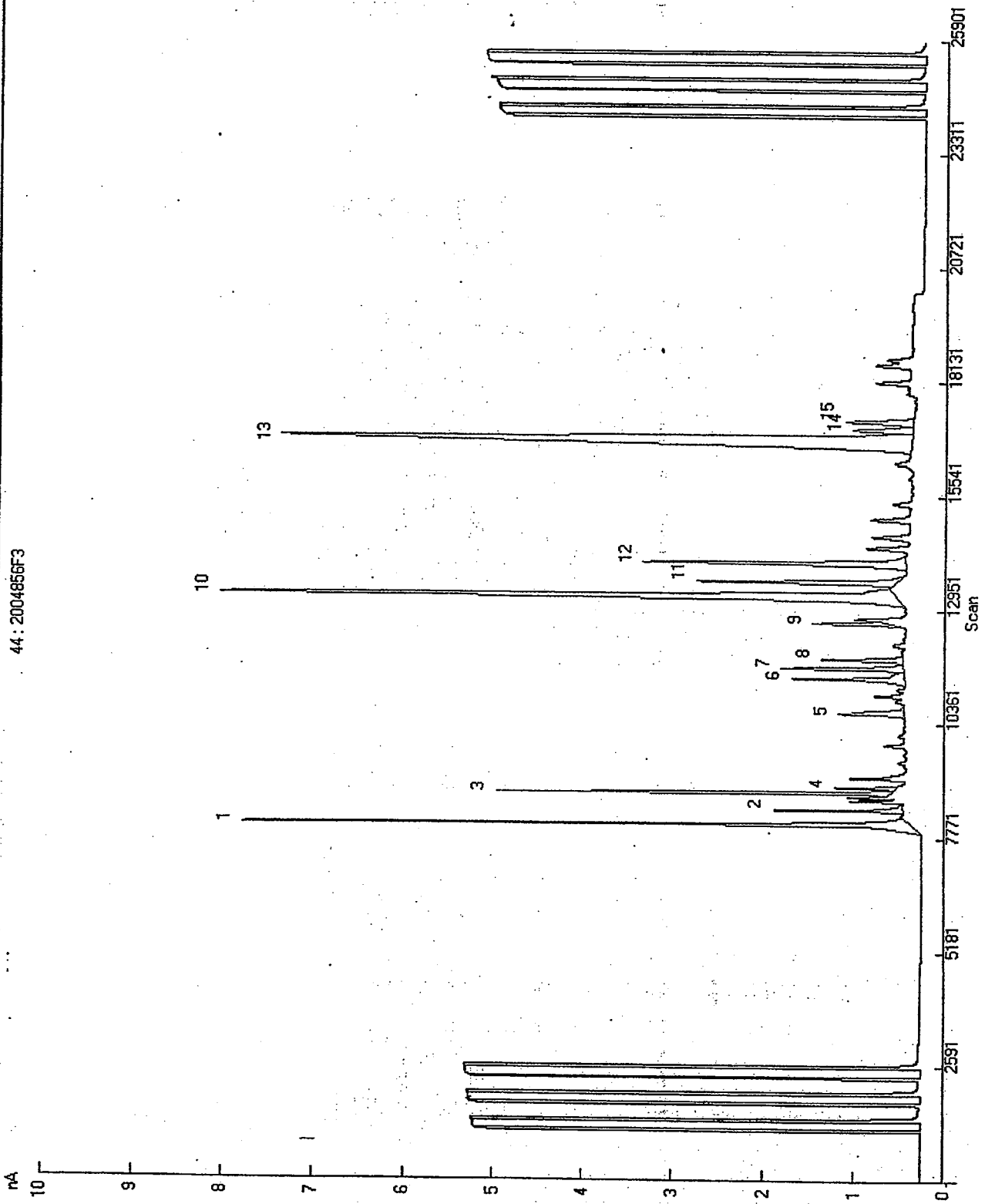
Mean: 1.1681E-02 3.8118E-03
 Std Dev of fit (%): 0.01 0.20

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O w.r.t. SMOW
1	810.2	12.74	5.9628E-08	1.1797E-02	9.92	-26.13	3.7033E-03	-28.32	-47.80	-18.41
2	880.18	8.29	3.0204E-08	1.1732E-02	4.38	-30.84	3.7022E-03	-28.62	-48.09	-18.71
3	1183.7	0.67	4.4198E-09	1.1813E-02	11.29	-23.69	3.7002E-03	-28.23	-48.70	-19.34
4	1183.6	1.01	6.4249E-09	1.1744E-02	5.39	-29.79	3.7010E-03	-29.03	-48.49	-19.13
5	1268.8	3.12	2.4630E-08	1.1763E-02	7.07	-28.05	3.7016E-03	-28.88	-48.35	-18.98
6	1331.73	7.66	9.0638E-08	1.1769E-02	7.58	-27.54	3.7026E-03	-28.59	-48.06	-18.69
7	1331.71	2.53	1.8793E-08	1.1763E-02	7.02	-28.51	3.7015E-03	-28.94	-48.40	-19.04
8	1402.7	2.04	1.8526E-08	1.1771E-02	7.73	-27.38	3.7007E-03	-29.16	-48.63	-19.27
9	1679.2	4.43	5.9030E-08	1.1779E-02	8.38	-26.70	3.7011E-03	-29.14	-48.60	-19.24
10	1721.2	0.64	5.7616E-09	1.1784E-02	8.84	-26.23	3.7011E-03	-29.16	-48.62	-19.26

65

44: 2004856F3



68

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004856F3.raw	Acquisition Date: 20/07 13:53
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2004.spl	Injection Volume: 30
Line: 9	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: A 993856 F3/15ul	

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2 Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
	Elemental delta		Molecular delta		
	Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:
Ratio 1:	13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB
Ratio 2:	18O	-20	delta 46	-20.06	PDB

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.86	127.6	1.1681E-02	3.8119E-03
2	5.01	187.5	1.1681E-02	3.8108E-03
3	5.05	247.5	1.1681E-02	3.8101E-03
19	4.73	2427.5	1.1681E-02	3.8124E-03
20	4.75	2487.5	1.1680E-02	3.8132E-03
21	4.87	2547.5	1.1680E-02	3.8134E-03

Mean: 1.1681E-02 3.8120E-03
 Std Dev of fit (%): 0.02 0.20

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	809.0	7.39	3.9798E-08	1.1793E-02	9.82	-25.43	3.7018E-03	-28.79	-48.26	-18.89
2	840.9	1.44	7.0721E-09	1.1789E-02	9.30	-25.76	3.7002E-03	-29.20	-48.66	-19.31
3	888.2	4.36	2.0227E-08	1.1733E-02	4.46	-30.74	3.7015E-03	-28.87	-48.33	-18.96
4	892.3	0.68	3.0613E-09	1.1763E-02	7.09	-28.08	3.7024E-03	-28.65	-48.12	-18.75
5	1061.6	0.74	7.0415E-09	1.1764E-02	7.16	-27.96	3.7016E-03	-28.89	-48.35	-18.98
6	1140.8	1.25	9.6677E-09	1.1771E-02	7.76	-27.35	3.7020E-03	-28.81	-48.28	-18.91
7	1164.9	1.36	9.0538E-09	1.1821E-02	12.05	-22.93	3.7027E-03	-28.64	-48.12	-18.74
8	1185.2	0.91	6.3768E-09	1.1769E-02	7.57	-27.54	3.7017E-03	-28.89	-48.36	-18.99
9	1266.8	0.85	5.0413E-09	1.1744E-02	5.46	-29.70	3.7010E-03	-29.10	-48.56	-19.20
10	1331.4	7.24	8.4023E-08	1.1765E-02	7.26	-27.87	3.7030E-03	-28.57	-48.05	-18.87
11	1336.9	2.16	1.6186E-08	1.1748E-02	5.75	-28.41	3.7014E-03	-29.01	-48.47	-19.10
12	1404.4	2.87	2.3676E-08	1.1764E-02	7.15	-27.97	3.7011E-03	-29.11	-48.67	-19.21
13	1689.2	6.98	1.2332E-07	1.1780E-02	8.50	-26.53	3.7014E-03	-29.07	-48.54	-19.18
14	1706.4	0.67	6.8642E-09	1.1808E-02	10.67	-24.12	3.7002E-03	-29.39	-48.86	-19.51
15	1725.2	0.76	7.2599E-09	1.1798E-02	10.10	-24.90	3.6984E-03	-29.88	-49.33	-20.00

67

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-10 Version : C Date : 09/05/2006 1/2.
VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CONFIRMATION CG/C/IRMS		

Numéro d'échantillon : A 993356 A 22525

Numéro d'identification de l'appareil : Taxpme 4

Instruction de confirmation : I-CONF 31

1. Tune

Spécification : plateau du peak Centre ≥ 10 V

Tune conforme : oui non

2. Stabilité de l'instrument

Spécification: écart mesuré entre valeur maximale et valeur minimale du ratio 2/1 ≤ 0.5 %

Stabilité conforme : oui non

3. Précision de l'instrument

Code de la solution Mix Cal IRMS: 005

Valeurs obtenues (%) pour 3 injections:

	Décane	Undécane	Dodécane	Méthyldécanoate
Moyenne	-32,71	-28,18	-32,04	-31,02
Ecart-type	0,03	0,05	0,07	0,12

Spécification: écart-type d'au moins 3 alcanes ≤ 0.5 %

Précision conforme : oui non

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-10 Version : C Date : 09/05/2006 2/2
VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CONFIRMATION CG/C/IRMS		

4. Calibration de l'instrument

Code de la solution Mix Cal Acétate: 001.C.....

Valeurs obtenues (‰):

	5a Androstanol AC	Etiocolanolone AC	5b Androstanediol diAC	11 Kétoetiocolanolone AC
2004 Mix Cal Acétate 01	-30,55	-20,01	-33,64	-16,34
2004 Mix Cal Acétate 02	-31,16	-19,80	-33,70	-16,41

Intervalle de valeurs acceptables:

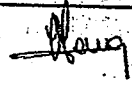
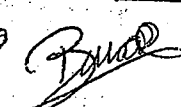
	5a Androstanol AC	Etiocolanolone AC	5b Androstanediol diAC	11 Kétoetiocolanolone AC
Valeurs théoriques	-30.46	-19.91	-33.81	-16.30
Valeurs théoriques + 0.5‰	-29.96	-19.41	-33.31	-15.80
Valeurs théoriques - 0.5‰	-30.96	-20.41	-34.31	-16.80

Résultats conformes : oui non

Résultats : CONFORME / NON CONFORME
Rayer la mention inutile

Observations:

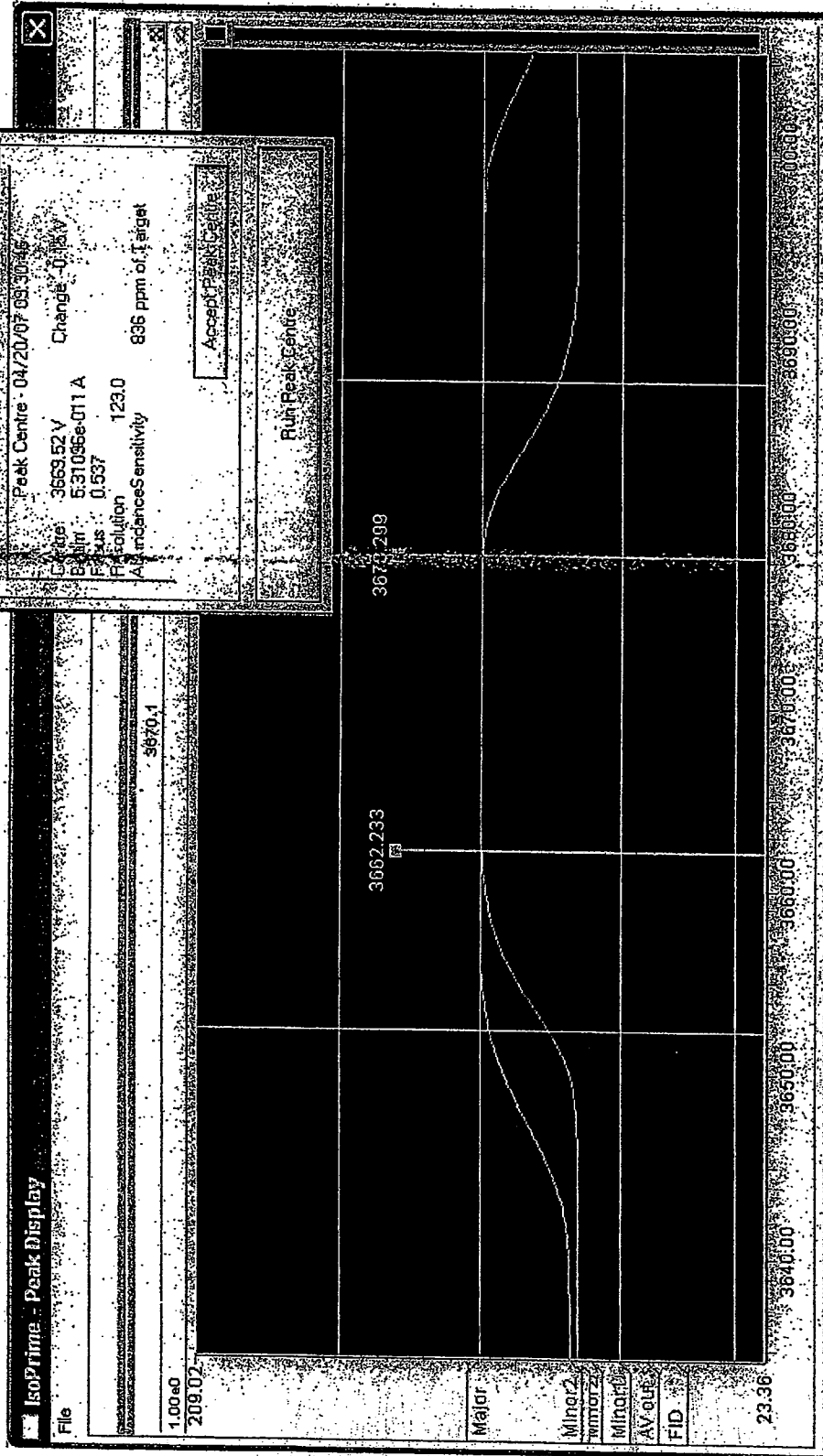
Validation

Opérateur		Responsable	
Date	Code et Visa	Date	Code et Visa
21/04/07	49 	21/04/07	19 

*Cet enregistrement est à transmettre au responsable du secteur confirmation concerné
puis à archiver vivant dans le dossier matériel de l'appareil concerné dans la section correspondante.*

20/04/2007

Peak Center



Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004stabilite1.raw
 Project: controle2007.PRO
 Sample list: 2004.spl
 Line: 1
 MS file: Co2 stab
 Inlet: GC-combustion
 Inlet file: Do Nothing
 Sample ID:
 Description: test de stabilite

Acquisition Date: 20/4/07 9:38
 Weight: 0.00
 Injection Volume: 0
 Bottle: 1
 Type:
 Standard:
 Slot Number: JB 251
 Run Index:

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2 Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta		Molecular delta			
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.66	37.5	1.1681E-02	3.8103E-03
2	4.65	97.3	1.1681E-02	3.8111E-03
3	4.66	157.3	1.1681E-02	3.8105E-03
4	4.66	217.3	1.1681E-02	3.8104E-03
5	4.66	277.3	1.1681E-02	3.8104E-03
6	4.67	337.3	1.1681E-02	3.8103E-03
7	4.67	397.3	1.1681E-02	3.8102E-03
8	4.68	457.3	1.1681E-02	3.8104E-03
9	4.69	517.3	1.1681E-02	3.8104E-03
10	4.71	577.3	1.1681E-02	3.8101E-03

Mean: 1.1681E-02 3.8104E-03
 Std Dev of fit (%): 0.02 0.06

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW

71

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004stabilite2.raw
 Project: controle2007.PRO
 Sample list: 2004.spl
 Line: 2
 MS file: Co2 stab
 Inlet: GC-combustion
 Inlet file: Do Nothing
 Sample ID:
 Description: test de stabilite

Acquisition Date: 20/4/07 9:49
 Weight: 0.00
 Injection Volume: 0
 Bottle: 1
 Type:
 Standard:
 Slot Number: JB 251
 Run Index:

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2 Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
	Elemental delta		Molecular delta		
	Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:
Ratio 1: 13C	-36.3		delta 45	-34.83	PDB
Ratio 2: 18O	-20		delta 46	-20.08	PDB

Peak No.	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.73	37.4	1.1681E-02	3.8101E-03
2	4.74	97.3	1.1681E-02	3.8102E-03
3	4.78	157.4	1.1681E-02	3.8100E-03
4	4.77	217.4	1.1681E-02	3.8102E-03
5	4.81	277.4	1.1681E-02	3.8099E-03
6	4.85	337.4	1.1682E-02	3.8093E-03
7	4.91	397.5	1.1682E-02	3.8087E-03
8	4.97	457.5	1.1682E-02	3.8085E-03
9	4.98	517.5	1.1682E-02	3.8082E-03
10	4.99	577.6	1.1682E-02	3.8080E-03

Mean: 1.1682E-02 3.8093E-03
 Std Dev of fit (%): 0.02 0.08

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW

72

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004stabilite3.raw	Acquisition Date: 20/4/07 10:00
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2004.spf	Injection Volume: 0
Line: 3	Bottle: 1
MS file: Co2 stab	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: Do Nothing	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: test de stabilite	

Reference Standard					Corrections:	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2 (uncalibrated CO2)						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
	Elemental delta		Molecular delta			
	Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1:	13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2:	18O	-20	delta 46	-20.06	PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.84	37.5	1.1681E-02	3.8085E-03
2	4.92	97.6	1.1681E-02	3.8089E-03
3	4.90	157.5	1.1682E-02	3.8087E-03
4	4.88	217.5	1.1682E-02	3.8090E-03
5	4.87	277.5	1.1681E-02	3.8090E-03
6	4.85	337.5	1.1681E-02	3.8089E-03
7	4.85	397.5	1.1681E-02	3.8090E-03
8	4.84	457.5	1.1682E-02	3.8087E-03
9	4.85	517.5	1.1682E-02	3.8084E-03
10	4.85	577.5	1.1682E-02	3.8089E-03

Mean: 1.1682E-02 3.8088E-03
 Std Dev of fit (%): 0.02 0.06

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
---------	----------	-------------------	------------	-------------	-----------	-----------	-------------	-----------	-----------	-----------------------

LNDD	MODE OPÉRATEUR	Codification : M-AN-38B
		Version : A Date : 25/01/2006 1 / 2
ANALYSE DU MIX ALCANE POUR LE CONTRÔLE DE ISOPRIME 2		

Appareil concerné: Isoprime 2

COLONNE : Type : DB17-MS JW Scien 122.4732
Longueur : 30 m
Diamètre interne : 0,25 mm
Epaisseur du film : 0,25 µm

INJECTION : Mode : Split Ratio: 120/30 ASSURANCE QUALITE
Température : 280 °C AB LNDD
Volume injecté : 2 µl e 18/10/06

CONDITION GC : Température initiale : 100°C pendant 4 min
Gradient de température: 100°C->150°C à 15°C/min
150°C->200°C à 30°C/min
Température finale : 200 °C pendant 1 min
Pression He constante : tr Décane environ 190 s

INTERFACE : Piège à eau: -100°C
Four à combustion : 850°C
Ligne de transfert : 350°C

CONFIDENTIEL

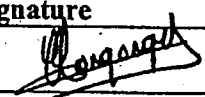


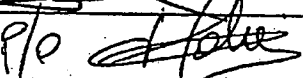
CONDITIONS MS : Mode d'acquisition : SIM sur les ions 44, 45 et 46
Programmation de l'acquisition: Temps d'acquisition total: 840s
à 20s RG open
à 50s RG close
à 80s RG open
à 110s RG close
à 160 HS close
à 600s HS open
à 720s RG open
à 750s RG close
à 780s RG open
à 810s RG open
Délai avant fin de l'acquisition: 30s

APPLICABLE le

25 JAN. 2006

74

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-38B
		Version : A Date : 25/01/2006 2 / 2
ANALYSE DU MIX ALCANE POUR LE CONTRÔLE DE ISOPRIME 2		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	13/01/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	25/01/2006	
vérifié par	Aurélie LAURENT	25/01/2006	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	25/01/2006	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
A	Création du document.	25/01/2006

CONFIDENTIEL

75

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004MixCalIRMS01.raw	Acquisition Date: 20/4/07 10:13
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2004.spl	Injection Volume: 10
Line: 4	Bottle: 1
MS file: M-AN38B	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN38b	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: test de performance Mix Cal IRMS 005	

Reference standard				Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)				Equilibrium correction: None	
Gas: CO2 Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta				Molecular delta	
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB	

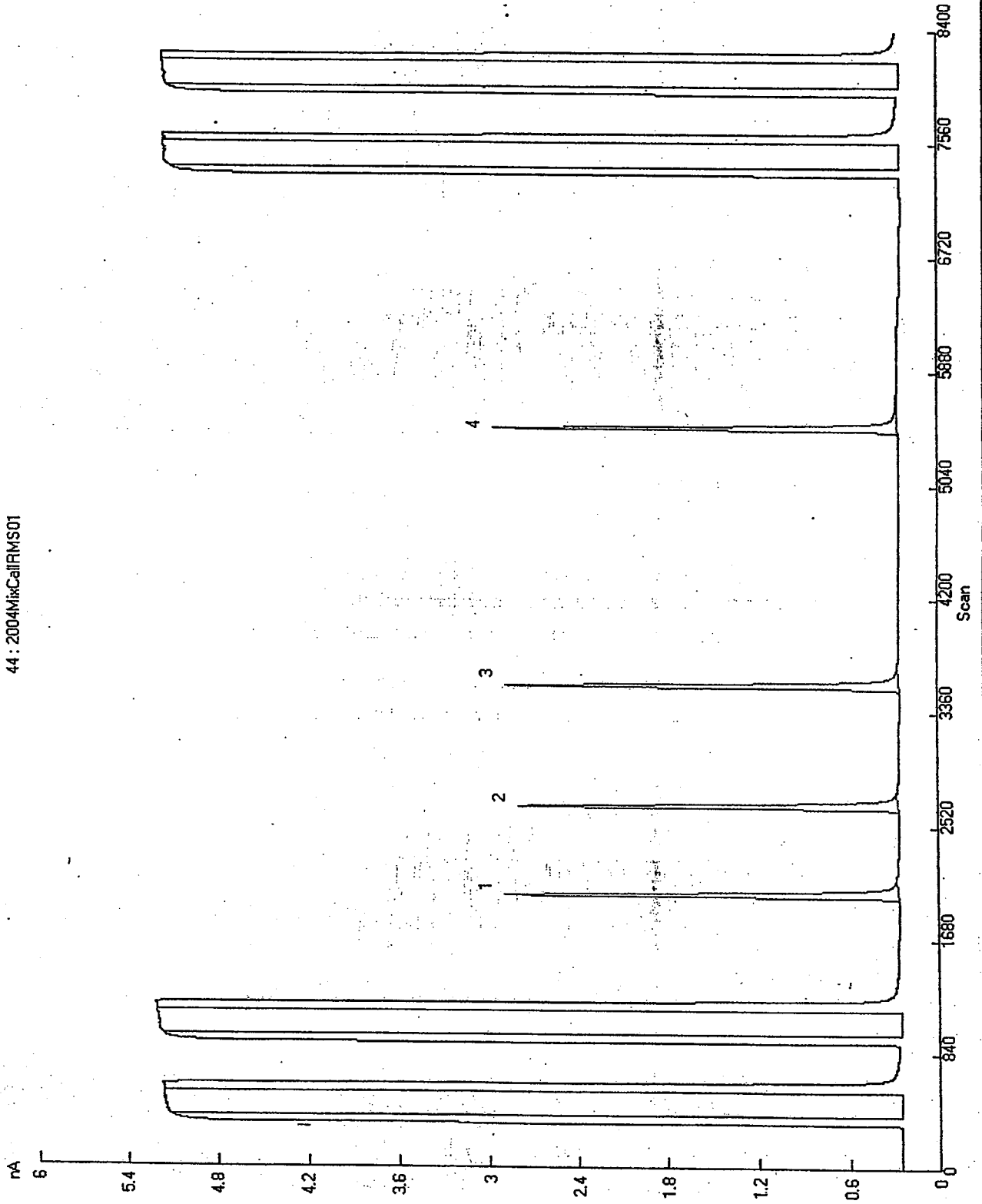
Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.90	47.7	1.1681E-02	3.8116E-03
2	4.94	107.5	1.1681E-02	3.8114E-03
7	4.91	747.7	1.1681E-02	3.8114E-03
8	4.91	807.5	1.1681E-02	3.8122E-03

Mean: 1.1681E-02 3.8117E-03
 Std Dev of fit (%): 0.02 0.10

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	201.9	2.63	8.4579E-09	1.1711E-02	2.58	-32.71	3.7012E-03	-28.96	-48.41	-19.04
2	287.3	2.54	8.3390E-09	1.1763E-02	6.98	-26.13	3.7003E-03	-29.19	-48.66	-19.30
3	356.6	2.63	8.7111E-09	1.1718E-02	3.19	-32.03	3.6990E-03	-29.56	-49.00	-19.66
4	546.9	2.71	8.7939E-09	1.1729E-02	4.11	-31.10	3.7007E-03	-29.12	-48.58	-19.22

44 : 2004MixCallRMS01



Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004MixCalIRMS02.raw	Acquisition Date: 20/4/07 10:55
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2004.spl	Injection Volume: 10
Line: 5	Bottle: 1
MS file: M-AN38B	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN38b	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: test de performance Mix Cal IRMS 005	

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2 Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta					Molecular delta	
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:		
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB		
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB		

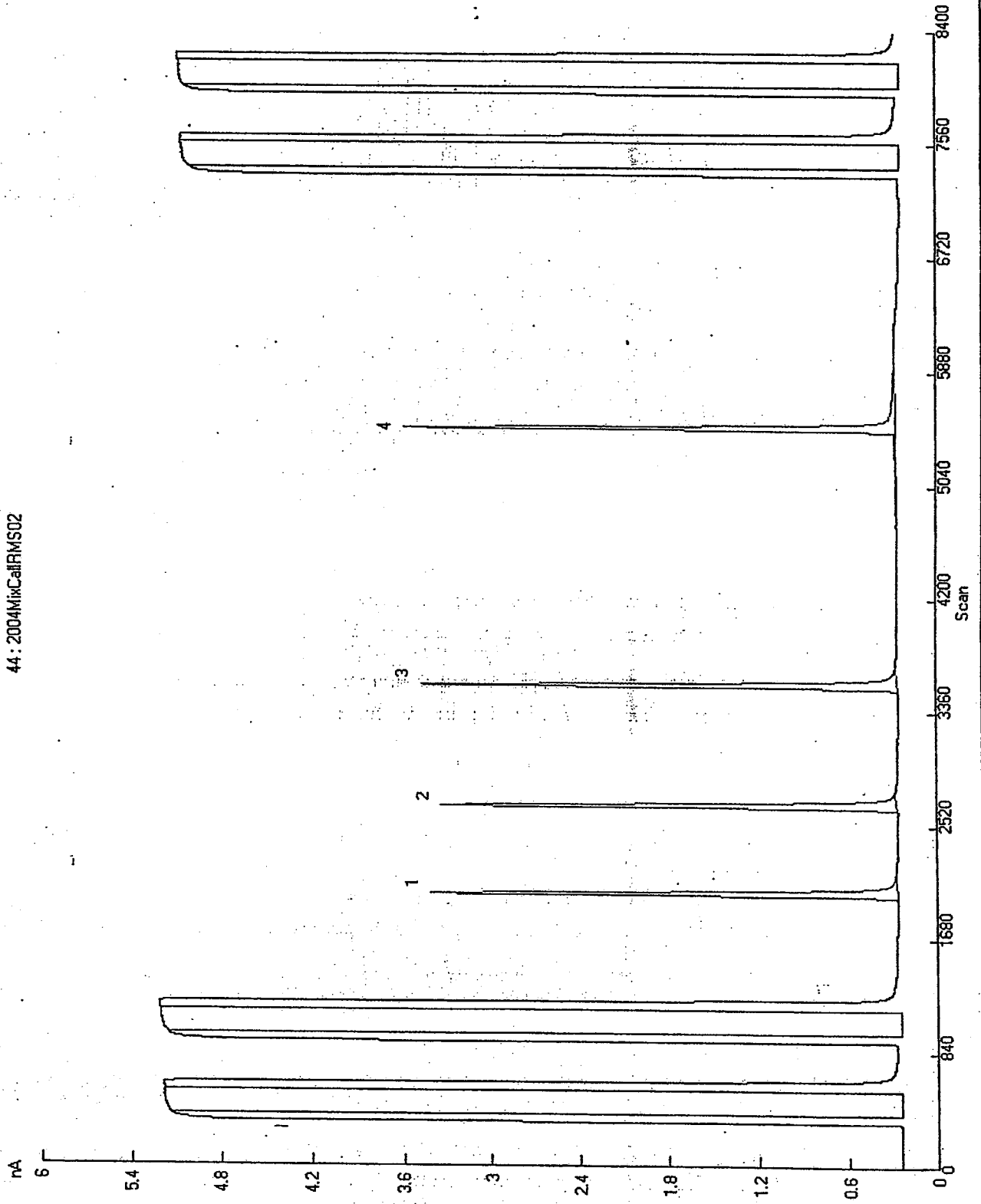
Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.92	47.7	1.1683E-02	3.8098E-03
2	4.95	107.5	1.1683E-02	3.8100E-03
7	4.82	747.6	1.1682E-02	3.8122E-03
8	4.84	807.4	1.1682E-02	3.8127E-03

Mean: 1.1682E-02 3.8112E-03
 Std Dev of fit (%): 0.01 0.04

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	-delta18O w.r.t. SMOW
1	201.9	3.15	1.0072E-08	1.1712E-02	2.53	-32.73	3.7001E-03	-28.93	-48.39	-18.02
2	267.1	3.07	1.0033E-08	1.1764E-02	6.91	-28.20	3.6989E-03	-29.30	-48.76	-18.41
3	356.5	3.21	1.0526E-08	1.1719E-02	3.12	-32.11	3.6987E-03	-29.44	-48.89	-19.54
4	546.9	3.32	1.0953E-08	1.1733E-02	4.37	-30.88	3.7061E-03	-27.68	-47.17	-17.76

44: 2004MixCallRMS02



Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004MixCalIRMS03.raw	Acquisition Date: 20/04/07 11:11
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2004.spl	Injection Volume: 10
Line: 6	Bottle: 1
MS file: M-AN38B	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN38b	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: test de performance Mix Cal IRMS 005	

Reference standard				Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)				Equilibrium correction: None	
Gas: CO2 Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta		Molecular delta			
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB	

Peak No.	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.87	47.6	1.1682E-02	3.8111E-03
2	4.88	107.5	1.1682E-02	3.8107E-03
7	4.98	747.8	1.1683E-02	3.8114E-03
8	4.98	807.6	1.1682E-02	3.8118E-03

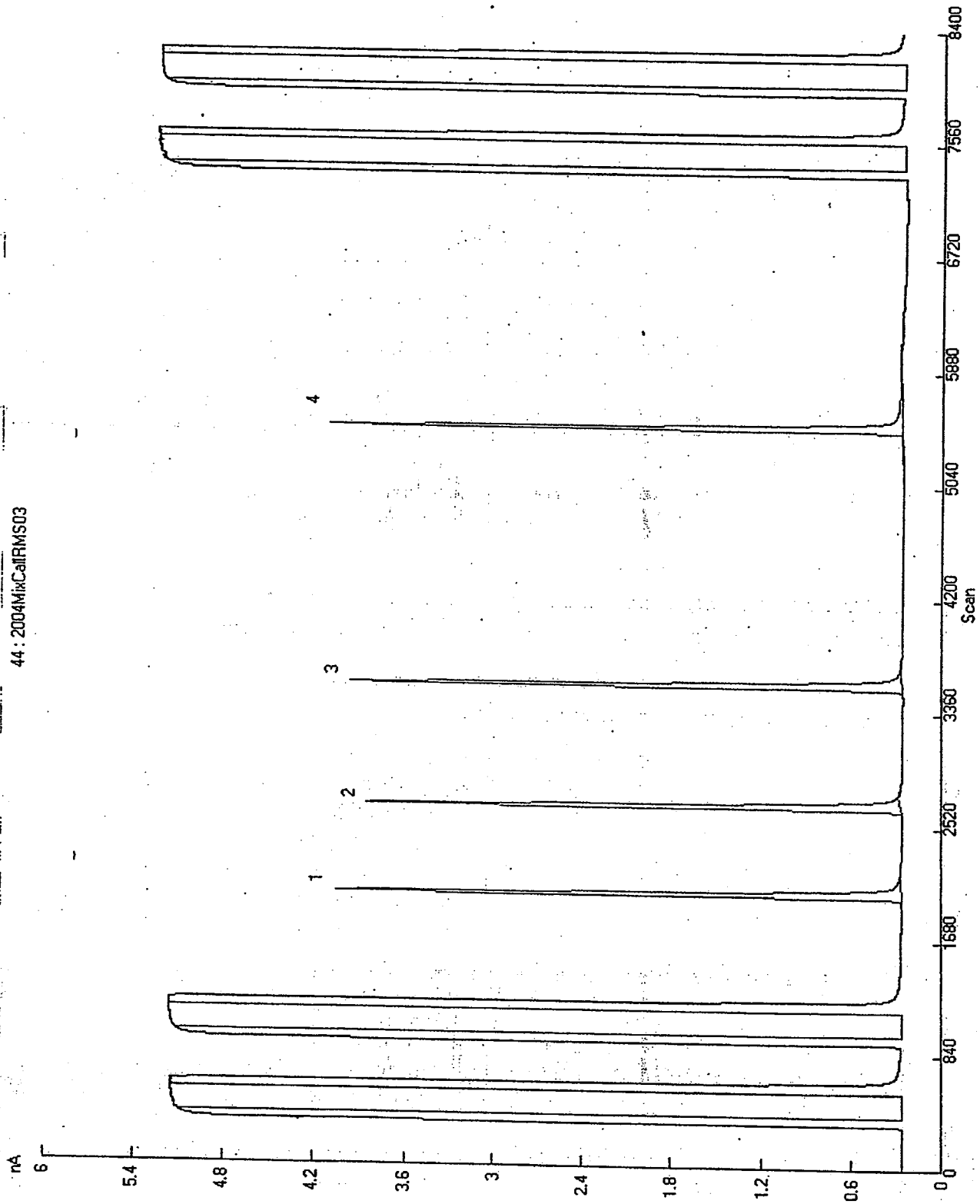
Mean: 1.1682E-02 3.8112E-03
 Std Dev of fit (%): 0.03 0.07

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	202.1	3.78	1.1863E-08	1.1712E-02	2.59	-32.88	3.7015E-03	-28.73	-48.19	-18.81
2	267.4	3.57	1.1675E-08	1.1763E-02	6.91	-28.22	3.7017E-03	-28.69	-48.16	-18.79
3	356.8	3.69	1.2133E-08	1.1720E-02	3.25	-31.98	3.6999E-03	-29.20	-48.65	-19.29
4	547.0	3.82	1.2231E-08	1.1730E-02	4.12	-31.08	3.6994E-03	-29.36	-48.81	-19.46

80

44 : 2004MixCallRMS03



81

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004MixCalAcetate01.raw	Acquisition Date: 20/04/07 12:23
Project: controls2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2004.spl	Injection Volume: 10
Line: 7	Bottle: 2
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: Calibration Mix Cal Acetate 001C	

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2 Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta		Molecular delta			
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-38.3	delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB	

Peak No.	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 46/44	Ratio 48/44
1	4.96	127.7	1.1663E-02	3.8099E-03
2	4.93	187.5	1.1682E-02	3.8099E-03
3	4.91	247.5	1.1682E-02	3.8091E-03
8	4.52	2427.3	1.1682E-02	3.8119E-03
9	4.56	2487.2	1.1681E-02	3.8125E-03
10	4.67	2547.2	1.1681E-02	3.8129E-03

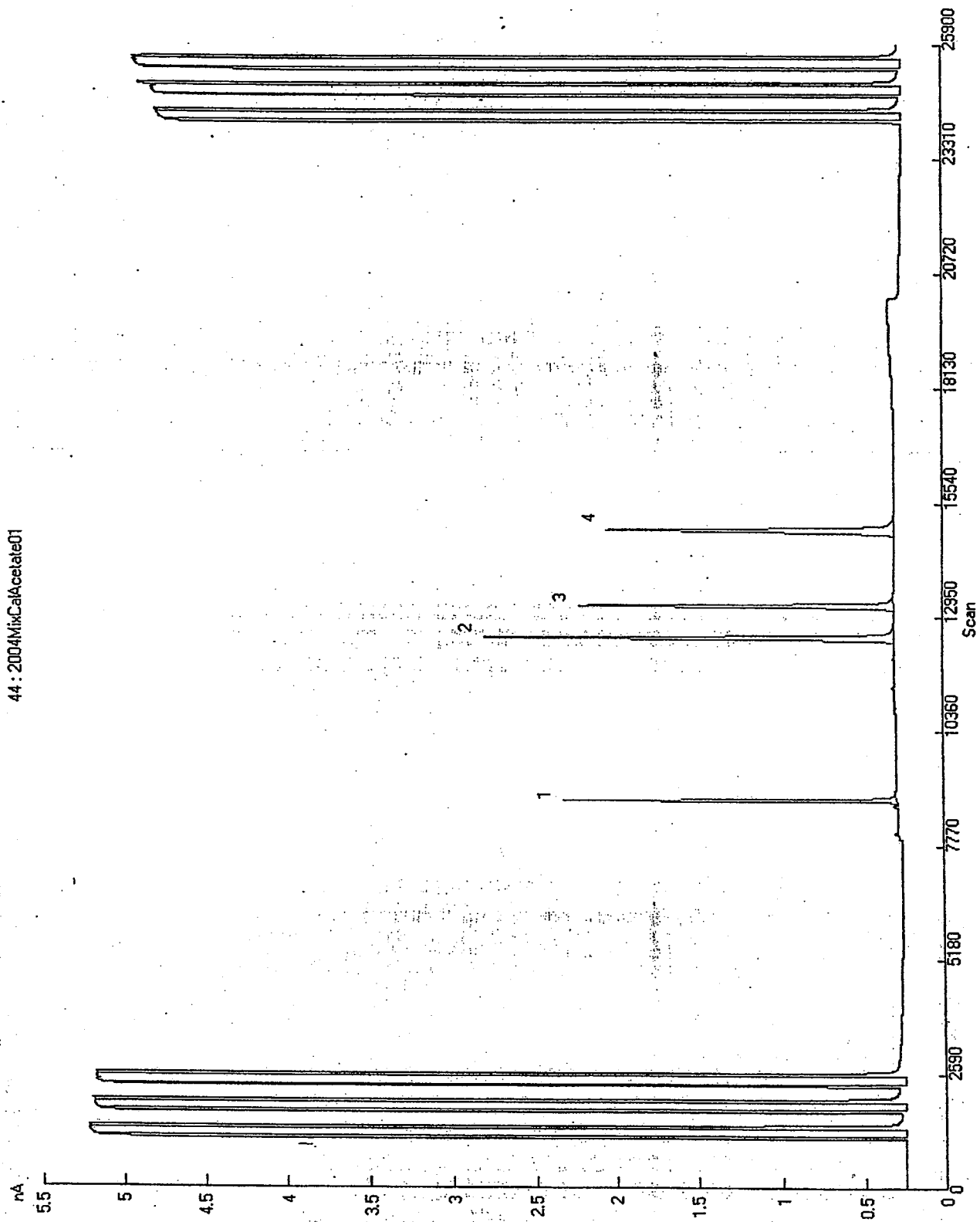
Mean: 1.1682E-02 3.8110E-03
 Std Dev of fit (%): 0.02 0.11

Sample Data

Peak No.	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	880.6	2.03	9.4780E-09	1.1737E-02	4.86	-30.55	3.7018E-03	-28.55	-48.02	-18.64
2	1248.7	2.50	1.8752E-08	1.1856E-02	14.89	-20.01	3.7031E-03	-28.29	-47.78	-18.40
3	1321.4	1.92	1.4054E-08	1.1701E-02	1.67	-33.64	3.7022E-03	-28.53	-48.00	-18.62
4	1493.8	1.75	1.6286E-08	1.1897E-02	18.39	-15.38	3.7004E-03	-29.07	-48.56	-19.20

82

44 : 2004MixCaAcetate01



83

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004MixCalAcetate02.raw	Acquisition Date: 20/4/07 22:50
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2004.sp1	Injection Volume: 10
Line: 21	Bottle: 2
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: Calibration Mix Cal Acetate 001C	

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2 Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta					
Label:	Value:	Molecular delta	Label:	Value:	wrt:
Ratio 1: 13C	-38.3	delta 45	delta 45	-34.83	PDB
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	delta 46	-20.08	PDB

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.92	127.6	1.1679E-02	3.8125E-03
2	5.00	187.5	1.1679E-02	3.8111E-03
3	5.06	247.5	1.1679E-02	3.8101E-03
8	4.75	2427.5	1.1679E-02	3.8116E-03
9	4.79	2487.4	1.1679E-02	3.8121E-03
10	4.89	2547.5	1.1679E-02	3.8123E-03

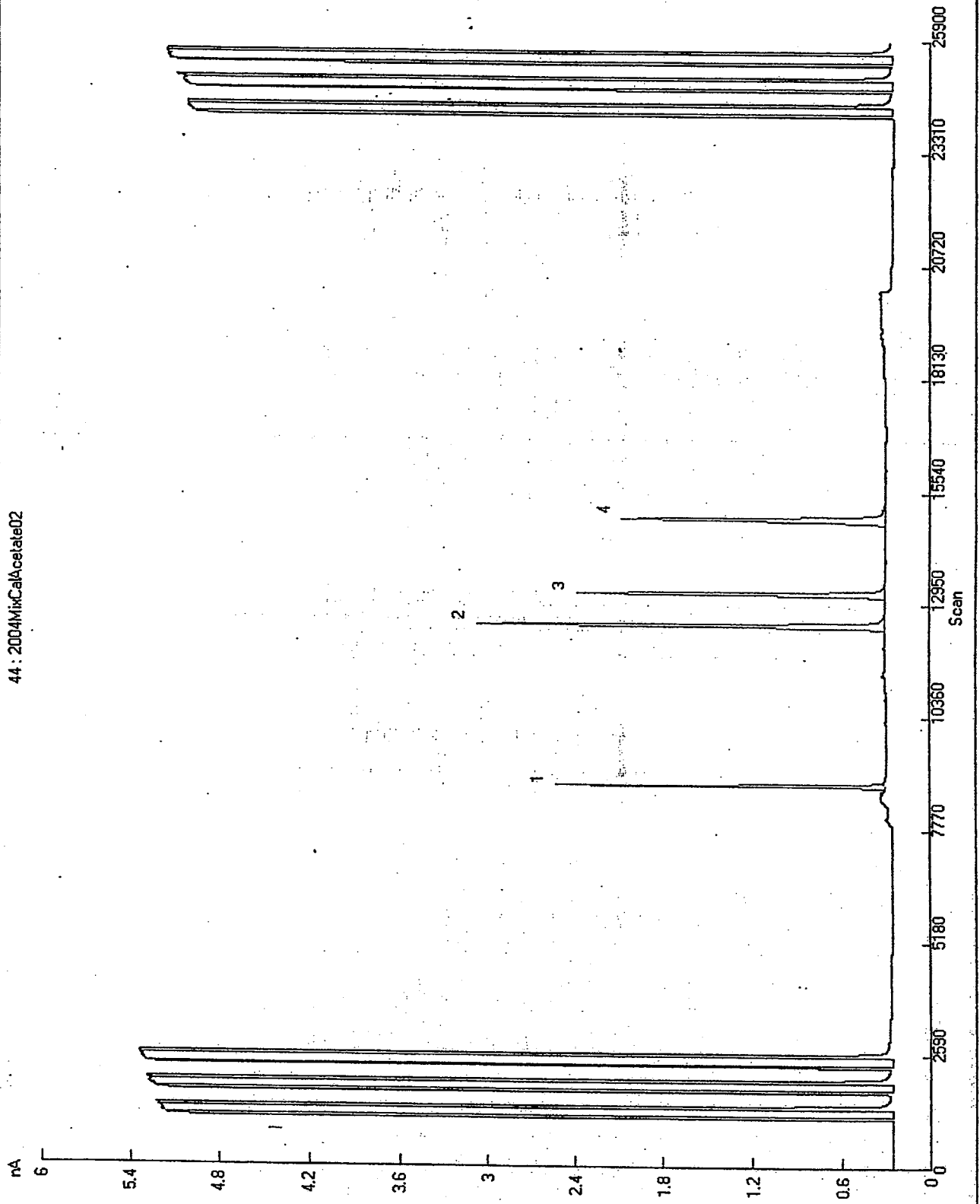
Mean: 1.1679E-02 3.8116E-03
 Std Dev of fit (%): 0.03 0.24

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	880.0	2.23	1.0399E-08	1.1726E-02	4.06	-31.16	3.7019E-03	-28.73	-48.20	-18.82
2	1247.9	2.77	2.0143E-08	1.1855E-02	15.08	-19.80	3.7024E-03	-28.83	-48.12	-18.75
3	1320.5	2.08	1.5344E-08	1.1698E-02	1.60	-33.70	3.7024E-03	-28.85	-48.11	-18.73
4	1493.1	1.78	1.6872E-08	1.1894E-02	18.37	-16.41	3.7023E-03	-28.70	-48.19	-18.82

84

44 : 2004MixCaAcetate02



LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-FCR-06
		Version : F
		Date : 20/09/2006
		Page : 1/2
FICHE D'ANALYSE / RESULTATS GC/C/IRMS		

Echantillon : Instrument : **GC/C/IRMS Isoprime 2**
 Répertoire : CO et paraphe: 

Valeur isotopique du réactif de dérivation:

**COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIGINAUX**

Fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)

	Blanc urinaire		Echantillon	
	SI	11 Kétoétio	SI	11 Kétoétio
Nom du fichier	2004Blu1F1	2004Blu1F1	2004856F1	2004856F1
tr (s)	880	1496	882	1496
trr	-	1,700	-	1,696
Intensité (nA)	1,4	2,5	4,7	2,2
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ mesurée	-30,82	-24,72	-31,38	-24,04
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ corrigée	-	-21,78	-	-21,02

Fraction F2 (Kéto)

	Blanc urinaire			Echantillon		
	SI	Etio	Andro	SI	Etio	Andro
Nom du fichier	2004Blu1F2	2004Blu1F2	2004Blu1F2	2004856F2	2004856F2	2004856F2
tr (s)	880	1250	1277	880	1250	1276
trr	-	1,420	1,451	-	1,420	1,450
Intensité (nA)	2,4	3,5	4,2	2,4	3,2	3,3
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ mesurée	-30,67	-25,45	-24,65	-30,51	-25,21	-24,27
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ corrigée	-	-22,58	-21,70	-	-22,32	-21,28

Fraction F3 (Diols)

	Blanc urinaire			
	SI	5 β Adiol	5 α Adiol	5 β Pdiol
Nom du fichier	2004Blu1F3	2004Blu1F3	2004Blu1F3	2004Blu1F3
tr (s)	882	1331	1361	1679
trr	-	1,510	1,544	1,904
Intensité (nA)	6,3	7,7	2,5	4,4
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ mesurée	-30,84	-27,54	-28,11	-26,70
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ corrigée	-	-22,25	-22,94	-21,75

	Echantillon			
	SI	5 β Adiol	5 α Adiol	5 β Pdiol
Nom du fichier	2004856F3	2004856F3	2004856F3	2004856F3
tr (s)	881	1331	1361	1689
trr	-	1,512	1,546	1,918
Intensité (nA)	4,4	7,2	2,2	7,0
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ mesurée	-30,74	-27,87	-29,41	-26,57
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ corrigée	-	-22,64	-24,51	-21,59

86

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-FCR-06
		Version : F
		Date : 20/09/2006
		Page : 2/2
FICHE D'ANALYSE / RESULTATS GC/C/IRMS		

	valeur de référence d'une population témoin		Echantillon dans les normes	
	$\delta^{13}\text{C} \text{‰}$ haute	$\delta^{13}\text{C} \text{‰}$ basse	oui	non
11 Kétoétio	-17,58	-26,27	α	
Etio	-19,56	-26,10	α	
Andro	-18,43	-25,02	α	
5β Adiol	-18,55	-26,97	α	
5α Adiol	-18,59	-27,40	α	
5β Pdiol	-18,25	-25,55	α	

	Blu	Echantillon		
	$\Delta \text{‰}$	$\Delta \text{‰} + 0,8 \text{‰}$	$\Delta \text{‰}$	$\Delta \text{‰} - 0,8 \text{‰}$
Etio - 11 Kétoétio	-0,81	-0,49	-1,29	-2,09
Andro - 11 Kétoétio	0,08	0,55	-0,25	-1,05
5β Adiol - 5β Pdiol	-0,50	-0,25	-1,05	-1,85
5α Adiol - 5β Pdiol	-1,19	-2,11	-2,91	-3,71

Seuil de positivité de l'AMA: $\delta^{13}\text{C} \text{‰}(\text{métabolite}) - \delta^{13}\text{C} \text{‰}(\text{composé endogène de référence}) > 3 \text{‰}$
 $\delta^{13}\text{C}$ du composé $< -28 \text{‰}$

Variation maximale admissible liée à la méthode: $\pm 0,8 \text{‰}$

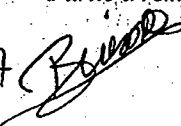
COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Conclusion

L'analyse par spectrométrie de rapport isotopique (EC31) n'indique pas une prise de testostérone ou de l'un de ses précurseurs sur la base de l'absence d'un appauvrissement isotopique significatif des métabolites cétoniques et diols de la testostérone.

Partie à remplir par le responsable

Date et Paraphe du responsable:

21/09/07 

Observations:

Ecart(s) n° :

Cet enregistrement est à mettre dans le dossier de confirmation

27/87

Châtenay-Malabry, le 23 avril 2007

30209

RAPPORT D'ANALYSE N° 5

Demande d'analyse de l'USADA du 13/04/2007

Sport : **USADA**
Épreuve et lieu : **Réanalyse**
Date : **16/04/2007**

COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Réception de(s) l'échantillon(s) d'urine :
Date : **16/04/2007**
Type de matériel : **Berlinger**
Nombre d'échantillon(s) : **6 (sur 10 échantillons reçus)**
Nombre de rapport(s) d'analyse : **5**
Référence de(s) l'échantillon(s) : **825423 - 825425 - 825426 - 825427 - 993856 - 993865**

Résultats (Cf référentiels en vigueur : AMA 2007)

Date de début des analyses : **16/04/2007**

Méthodes d'analyses utilisées : Chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse et chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse de rapport isotopique.

Conclusions : L'analyse par spectrométrie de masse de rapport isotopique n'indique pas une prise de Testostérone ou de l'un de ses précurseurs sur la base de l'absence d'appauvrissement isotopique significatif des métabolites cétoniques et diols de la Testostérone

NB : Echantillon n° 993865 : la valeur isotopique du 5 α -androstane-3 α -diol n'a pas pu être déterminée en raison de sa faible concentration dans l'échantillon.

J. de CEAUX
Directeur

Destinataire :

- USADA - T. Tygart (1330 quail lake loop - suite 260 Colorado Springs - CO 80906 - USA)

Copie :

- Union Cycliste Internationale - A. GRIPPER (CH 1860 AIGLE - SUISSE)

Le laboratoire n'est pas responsable du prélèvement des échantillons. La reproduction de ce rapport d'analyse n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il est confidentiel et comporte 1 page(s).

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004856F3-2.raw	Acquisition Date: 20/4/07 14:37
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2004.spl	Injection Volume: 20
Line: 10	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: A 893856 F3/15ul	

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2 Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta					Molecular delta	
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:		
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB		
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB		

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 46/44	Ratio 46/44
1	5.01	127.7	1.1680E-02	3.8127E-03
2	5.08	187.6	1.1681E-02	3.8112E-03
3	5.13	247.6	1.1680E-02	3.8105E-03
13	4.67	2427.5	1.1681E-02	3.8121E-03
14	4.74	2487.4	1.1680E-02	3.8137E-03
15	4.85	2547.4	1.1680E-02	3.8138E-03

Mean: 1.1680E-02 3.8123E-03
 Std Dev of fit (%): 0.02 0.28

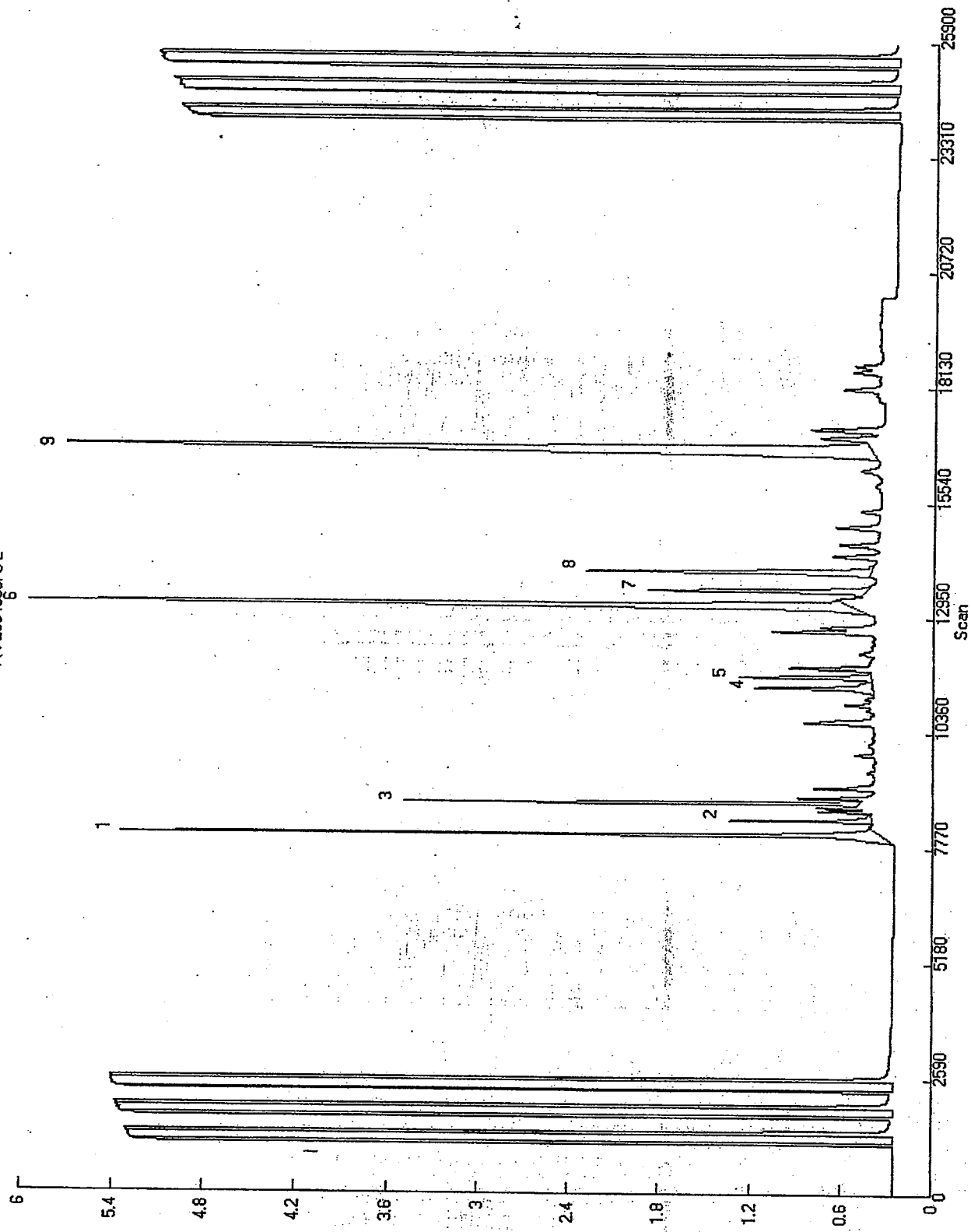
Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	808.4	5.00	2.6196E-08	1.1794E-02	9.76	-25.29	3.7021E-03	-28.83	-48.30	-18.93
2	840.7	0.94	4.7649E-09	1.1791E-02	9.50	-25.55	3.7016E-03	-28.95	-48.42	-18.05
3	880.6	3.00	1.3594E-08	1.1733E-02	4.50	-27.70	3.7011E-03	-29.09	-48.55	-19.18
4	1139.9	0.78	6.0375E-09	1.1771E-02	7.75	-27.34	3.7011E-03	-29.14	-48.60	-19.24
5	1163.9	0.88	5.6754E-09	1.1822E-02	12.08	-22.89	3.7014E-03	-29.06	-48.53	-19.17
6	1327.4	5.37	4.9371E-08	1.1769E-02	7.62	-27.49	3.7024E-03	-28.84	-48.31	-18.94
7	1358.5	1.42	1.0273E-08	1.1749E-02	5.86	-29.29	3.7015E-03	-29.09	-48.55	-19.19
8	1401.4	1.88	1.4749E-08	1.1768E-02	7.46	-27.65	3.7012E-03	-29.15	-48.61	-19.25
9	1682.5	5.28	7.5264E-08	1.1782E-02	8.70	-28.36	3.7011E-03	-29.23	-48.69	-19.33

89

44:2004856F3-2

nA



91